



**You have downloaded a document from
RE-BUS
repository of the University of Silesia in Katowice**

Title: Defekty strukturalne oraz ich związek z krystalizacją monokrystalicznych łopatek silników lotniczych

Author: Robert Albrecht

Citation style: Albrecht Robert. (2017). Defekty strukturalne oraz ich związek z krystalizacją monokrystalicznych łopatek silników lotniczych. Praca doktorska. Katowice : Uniwersytet Śląski

© Korzystanie z tego materiału jest możliwe zgodnie z właściwymi przepisami o dozwolonym użytku lub o innych wyjątkach przewidzianych w przepisach prawa, a korzystanie w szerszym zakresie wymaga uzyskania zgody uprawnionego.



UNIwersytet ŚLĄSKI
W KATOWICACH



Biblioteka
Uniwersytetu Śląskiego



Ministerstwo Nauki
i Szkolnictwa Wyższego



Uniwersytet Śląski
Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach
Instytut Nauki o Materiałach

ROZPRAWA DOKTORSKA

**Defekty strukturalne oraz ich związek
z krystalizacją monokrystalicznych łopatek
silników lotniczych**

mgr inż. Robert Albrecht

Promotor: dr hab. Włodzimierz Bogdanowicz

Katowice, 2017

*Za cierpliwość oraz pomoc, dzięki której
niniejsza praca mogła zostać ukończona,
dziękuję Panu dr hab. Włodzimierzowi
Bogdanowiczowi.*

Spis treści

1	Streszczenie	5
2	Przegląd literatury	7
2.1	Technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym	7
2.2	Otrzymywanie monokrystalicznych nadstopów niklu	11
2.3	Makro i mikrostruktura oraz skład chemiczny monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu	14
2.3.1	Anizotropia właściwości nadstopów niklu.....	22
2.4	Dyfrakcyjna topografia rentgenowska nadstopów	26
2.4.1	Warunki dyfrakcji	29
2.4.2	Zastosowanie dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej w badaniach nadstopów niklu	32
2.5	Podsumowanie studium literatury.....	37
3	Teza	38
4	Cele i zakres pracy	40
5	Metodyka i materiał do badań	41
5.1	Metody badawcze	42
5.1.1	Dyfrakcyjna topografia rentgenowska	42
5.1.2	Metoda Laue.....	46
5.1.3	Mapowanie orientacji krystalograficznej z wykorzystaniem metody Ω -scan	48
5.1.4	Skaningowa mikroskopia elektronowa	53
5.1.5	Pomiary orientacji metodą EBSD	55
5.1.6	Transmisyjna mikroskopia elektronowa	57
5.2	Materiał do badań.....	59

5.2.1	Otrzymywanie łopatek	59
5.2.2	Preparatyka próbek.....	60
6	Metodyka pomiaru dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej dla nadstopu niklu CMSX-4.....	63
7	Wyniki Badań	71
7.1	Analiza zglądów zamka łopatki	71
7.2	Analiza zglądów pióra łopatek.....	83
7.3	Analiza przekrojów wzdłużnych całych łopatek turbiny	94
7.4	Wieloskalowa charakterystyka granic niskiego kąta	106
8	Dyskusja wyników	120
9	Wnioski	133
10	Literatura	135

1 Streszczenie

Stosowane obecnie w przemyśle lotniczym oraz energetyce elementy wirników turbin gazowych pracują pod dużymi obciążeniami mechanicznymi w temperaturach bliskich ich temperaturze topnienia oraz agresywnym środowisku korozyjnym. Elementy te, jak na przykład łopatki turbiny wysokiego ciśnienia, otrzymuje się w postaci monokrystalicznej poprzez kierunkową krystalizację z nadstopów niklu, wśród których szeroko stosowany jest stop CMSX-4. Uzyskane w ten sposób odlewy są utworzone z zespołu równoległych dendrytów o jednakowej orientacji krystalograficznej. Materiał tego typu bezpośrednio po krystalizacji może posiadać defekty strukturalne, takie jak: granice niskiego kąta, ziarna o przypadkowej orientacji czy makroskopowe obszary naprężeń. Defekty te nie mogą być usunięte podczas obróbki cieplnej, a ich obecność prowadzi do obniżenia właściwości mechanicznych odlewów. Dlatego też niezwykle ważną rolę przykłada się do poznania mechanizmów tworzenia się defektów strukturalnych elementów silników lotniczych i turbin energetycznych podczas procesu krystalizacji.

W dysertacji przedstawiono charakterystykę defektów strukturalnych odlewów nadstopu CMSX-4 łopatek turbiny oraz określono mechanizmy ich tworzenia w procesie krystalizacji kierunkowej. Wykazano, iż podczas krystalizacji łopatek mogą tworzyć się makroskopowe granice nisko-kątowe przebiegające przez cały odlew, wzdłuż osi wzrostu dendrytów. Na skutek tworzenia się tych granic w łopatkach powstaje makroskopowa struktura blokowa. Bloki składają się z zespołu dendrytów o bardzo zbliżonej orientacji krystalograficznej. Stwierdzono, że znaczne rozszerzenie frontu krystalizacji sprzyja tworzeniu się granic niskiego kąta. Przebiegają one w obszarze międzidendrytycznym w fazie γ i składają się z siatki dyslokacji ulokowanej w pobliżu wydzieleni fazy γ' . Obecność granicy bloków powoduje dodatkowo zaburzenie rozkładu przestrzennego struktury dendrytycznej w jej pobliżu. Ponadto, wykazano, iż zatrzymanie wzrostu dendrytów na ściankach formy może powodować występowanie lokalnych odkształceń dendrytów. W cienkościennym obszarze pióra krystalizacja przebiega z udziałem ramion kolejnych rzędów z powodu ciągłego zatrzymywania wzrostu dendrytów na ściankach formy. Taki mechanizm

wzrostu dendrytów powoduje stopniowe zwiększanie zdefektowania i stopniową zmianę orientacji krystalograficznej wzdłuż kierunku krystalizacji pióra łopatk.

Obecnie w przemyśle do badania doskonałości strukturalnej elementów wykonanych z nadstopu niklu CMSX-4 wykorzystuje się techniki kontroli jakości stosowane w przypadku odlewów wcześniejszych generacji, takie jak trawienie całych powierzchni łopatek wspomagane badaniem orientacji krystalograficznej w kilku punktach na powierzchni odlanego elementu. Jednakże w ostatnich latach opisano szereg defektów struktury związanych z lokalnymi zmianami orientacji krystalograficznej mających znaczny wpływ na wytrzymałość, które w warunkach przemysłowych nie są możliwe do zaobserwowania stosowanymi do tej pory metodami. Z tego względu wciąż poszukuje się nowych metod badawczych pozwalających na bardziej precyzyjną i kompleksową ocenę jakości monokrystalicznych odlewów z nadstopów niklu, a w szczególności ze stopu CMSX-4.

Metoda dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej Auleytnera z rozbieżną wiązką, jako jedna z nielicznych metod wykorzystujących konwencjonalne źródła promieniowania rentgenowskiego, została z powodzeniem zastosowana do badania monokrystalicznych dendrytycznych odlewów nadstopów niklu. Wykazano, iż metoda ta z powodzeniem może wykrywać nawet subtelne defekty struktury krystalicznej takich odlewów.

Jednym z celów pracy było także wykorzystanie autorskiego dyfraktometru firmy EFG w celu scharakteryzowania monokrystalicznych łopatek oraz porównanie otrzymanych wyników z wynikami uzyskanymi metodą Auleytnera z rozbieżną wiązką. Dodatkowo, zastosowanie metod mikroskopii elektronowej pozwoliło na poprawną interpretację uzyskanych wyników rentgenowskich oraz na charakteryzację w mikro skali granic niskiego kąta. Opracowano nowe sposoby wizualizacji defektów dla poszczególnych metod dyfrakcyjnych pozwalających ujawnić związek pomiędzy defektami, a obrazami struktury dendrytycznej.

Praca przedstawia nowe sposoby zastosowania dyfrakcyjnych metod rentgenowskich, dostosowanych do badań monokrystalicznych dendrytycznych nadstopów niklu, które mogą być z powodzeniem zastosowane w przyszłości w przemyśle.

2 Przegląd literatury

2.1 Technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym

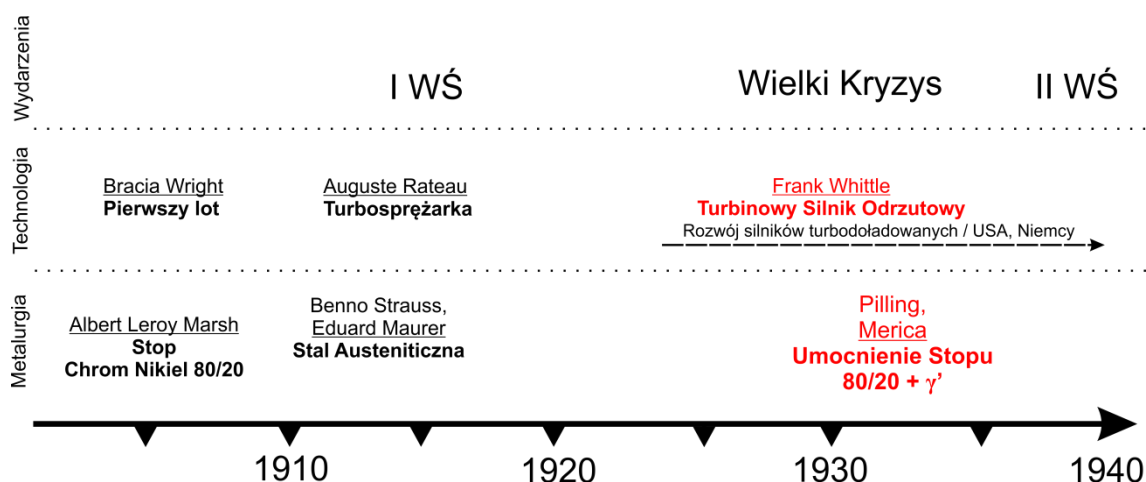
Postęp technologiczny, szczególnie w dziedzinie lotnictwa, wymaga ciągłego rozwoju nauki i wprowadzania nowych rozwiązań konstrukcyjnych [1]. Jednym z przełomowych odkryć było zastosowanie technologii parowych, wraz z którymi oczywistym stało się, iż wzrost efektywności układów napędowych jest związany z podwyższeniem temperatury ich pracy. Miało to swoje następstwa w późniejszych obliczeniach termodynamicznych prowadzących do opracowania koncepcji pierwszych silników rotacyjnych oraz turbin gazowych. Na początku XX w. wraz z opracowaniem konstrukcji pierwszych samolotów okazało się, że z uwagi na niskie ciśnienie powietrza na dużych wysokościach silnik lotniczy musi posiadać wewnętrzną komorę spalania zintegrowaną z turbosprężarką. Następnie, rozwój aerodynamiki, zwłaszcza związany z przepływem turbulentnym, spowodował rewolucję w myśleniu konstruktorów silników lotniczych. Rozwój wyżej przedstawionych zagadnień doprowadził do koncepcji współczesnego turboodrzutowego silnika lotniczego.

Wraz z powstaniem w latach 40-tych XX w. pierwszych silników turboodrzutowych, stwierdzono, iż na drodze ich rozwoju niezbędne jest zastosowanie materiałów odpornych na działanie wysokiej temperatury. Od tamtego czasu, aż po dzień dzisiejszy, udoskonalanie konstrukcji silników lotniczych, jak i pokrewnych im energetycznych turbin gazowych jest niezwykle ważnym wyzwaniem inżynierskim nieodzownie związanym z rozwojem materiałów odpornych na wysoką temperaturę. Postęp oraz kierunki badań nad materiałami w tej dziedzinie był podyktowany nie tylko potrzebami konstruktorów silników, ale również związany z dostępnością na skalę technologiczną pewnych pierwiastków stopowych oraz z rozwojem sytuacji politycznej na świecie, w szczególności w krajach o największym zaawansowaniu

technologicznym. Schematycznie poszczególne wydarzenia oraz stosowane technologie przedstawiono na rysunkach 1 oraz 2.

W początkowych latach rozwoju silników lotniczych metalurdzy prowadzili badania nad odpornymi na korozję stalami austenitycznymi, zawierającymi fazę γ (struktura ściennie centrowana). Temperatura pracy turbiny wynosiła wtedy ok. 700 °C. Dodatek chromu, który zawierały stosowane w konstrukcjach stale austenityczne, zapewniał wystarczającą ochronę korozyjną. Jednak wraz ze wzrostem temperatury w kolejnych generacjach silników, poszukiwano rozwiązania zapewniającego lepszą ochronę antykorozyjną. Okazało się, że 5% dodatek aluminium powodował tworzenie się warstwy Al_2O_3 na powierzchni elementów, która posiadała lepszą odporność na korozję wysokotemperaturową od warstwy Cr_2O_3 . Pozwoliło to równocześnie na zmniejszenie udziału chromu z 18% do 10% oraz obniżenie masy i ceny stopu. W 1929 roku, równocześnie, Bedford, Peilling oraz Merica (Rys. 1) odkryli, iż dodatek tytanu oraz aluminium do powszechnie stosowanego wówczas stopu „80/20” Ni-Cr znacząco zwiększa odporności na pełzanie. Dopiero w latach 40-tych odkryto główny powód tego umocnienia – obecność fazy γ' . Tworzone na bazie tych odkryć stopy na osnowie niklu oraz żelaza określano mianem nadstopów (eng. superalloys) [2-4].

Od tego momentu historia nadstopów jest ciągłym pasmem ulepszeń składu chemicznego oraz metod ich otrzymywania. Wydarzenia historyczne oraz potrzeby ekonomiczne dawały impulsy do przyspieszenia działań na rzecz rozwoju turbin gazowych pracujących pod dużym obciążeniem, przez dłuższy czas. Okres powojenny można podzielić na lata 50-te i 60-te, w których skupiono się na modyfikacjach składu chemicznego nadstopów oraz na okres rozwoju metod odlewniczych w latach 70-tych i 80-tych.



Rys. 1 Rozwój techniki na tle historycznym prowadzący do powstania pierwszych nadstopów oraz ich aplikacji [2].

Do lat 60-tych XX wieku naukowcy próbując spełnić wymagania konstruktorów na materiały o wyższej żarowytrzymałości i żaroodporności tworzyli coraz to lepsze stopy modyfikując głównie ich skład chemiczny (Rys. 2). Na tej drodze istotne modyfikacje dotyczyły:

- zwiększenia dodatków pierwiastków trudno topliwych, które zwiększają efekt umocnienia roztworowego oraz tworzą węgliki;
- wprowadzenia dodatków tytanu oraz aluminium w celu zwiększenia udziału fazy γ' ;
- obniżenie zawartości chromu w celu zwiększenia udziału fazy γ' w stopach [2].

Modyfikacje te skutkowały zwiększeniem zarówno żaroodporności, jak i żarowytrzymałości pierwszych generacji nadstopów niklu. Jednak zwiększenie wytrzymałości niesło ze sobą jednocześnie obniżanie plastyczności utrudniając procesy kształtowania wyrobów. W latach 60-tych stopy In-100, Rene-100 oraz B-1900 niejako wyznaczały możliwe granice plastyczności stopów przeznaczonych do obróbki plastycznej [3,4]. Metalurzy dążąc do coraz lepszych parametrów żarowytrzymałości, zwiększali zawartości dodatków stopowych powodując nadmierne tworzenie się w nich kruchych faz, takich jak μ , σ oraz faz Lavesa.

Fazy te w procesie pełzania, w czasie eksploatacji, inicjowały przedwczesne pękanie elementów konstrukcji silnika. Okazało się więc, iż kontrolowanie składu chemicznego pod kątem tworzenia się niepożądanych faz jest niezbędne. Doprowadziło to do powstania programu komputerowego o nazwie „Phacomp”, pierwszego stosowanego komercyjnie programu służącego do obliczeń rozdziału pierwiastków w poszczególnych fazach dla nadstopów [5]. Dzięki zastosowaniu tego programu można było wyznaczyć prawdopodobieństwo tworzenia się kruchych faz międzymetalicznych.

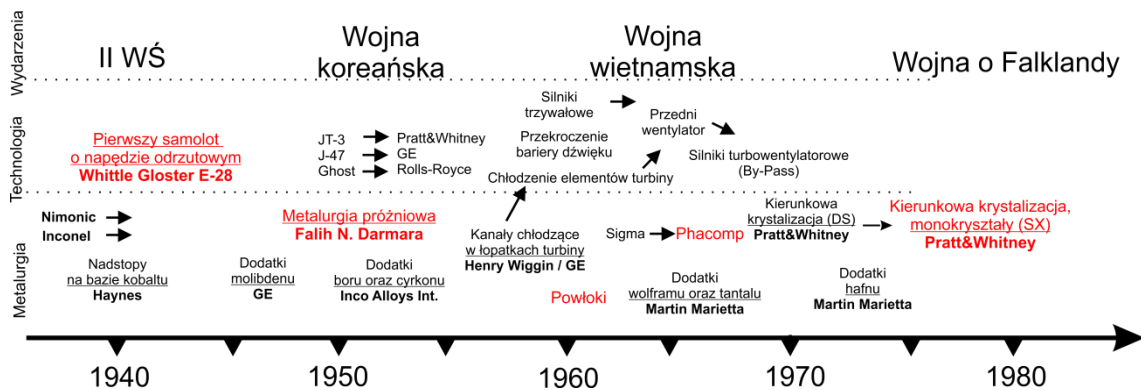
Kolejnym ważnym krokiem w rozwoju nadstopów niklu było wykorzystanie efektu umocnienia granicami ziaren. W latach 70-tych po raz pierwszy zastosowano dodatki hafnu w nadstopach, powodując istotnie zwiększenie tego efektu. Pozwoliło to ostatecznie obniżyć zawartość węglików oraz znacznie podnieść wytrzymałość na pełzanie.

Przełomowym okresem w historii rozwoju nadstopów był okres lat 70-tych oraz 80-tych XX wieku (Rys. 2). W tym czasie dokonano rewolucyjnych zmian w metodach otrzymywania oraz kontroli jakości najbardziej obciążonych elementów turbin gazowych. Kierowano się wówczas zasadą, iż drogą do zwiększania wytrzymałości jest:

- zmniejszenie rozmiaru defektów odlewniczych,
- otrzymanie mikrostruktury o większej odporności na pękanie,
- modyfikacja składu chemicznego w celu zwiększenia odporności na pękanie [3].

Rozwój procesów otrzymywania w latach 70-tych nakierowany był głównie na zwiększenie czystości oraz jednorodności odlewów. W początkowym okresie elementy turbiny, takie jak łopatki wirujące, były otrzymywane poprzez obróbkę plastyczną, głównie kucie. Pod koniec okresu II Wojny Światowej rozpoczęto próby odlewania elementów z nadstopów, jednak technologia ta nie była w stanie wyprzeć z produkcji obróbki plastycznej [2-4]. Metalurgia próżniowa okazała się w tym czasie przełomowa w produkcji odlewów z nadstopów [6]. Dzięki jej wykorzystaniu ostatecznie usunięto zanieczyszczenia oraz niepożądane tlenki, co pozwoliło kontrolować i zoptymalizować modyfikacje składu chemicznego stopów, oraz odlewać elementy o bardziej skomplikowanych kształtach. Początkowo odlewane były stopy z ziarnami

równoosiowymi, które w latach 80-tych zastąpiono odlewami kierunkowymi oraz monokrystalicznymi uzyskiwanymi poprzez krystalizację kierunkową. Jako, że metody kierunkowej krystalizacji były niezwykle istotnym osiągnięciem w technologii otrzymywania łopatek turbin o najlepszych parametrach eksploatacyjnych, ich opisom poświęcono kolejny rozdział pracy [7-9].



Rys. 2 Rozwój techniki na tle historycznym prowadzący do otrzymywania odlewów monokrystalicznych metodami kierunkowej krystalizacji [2].

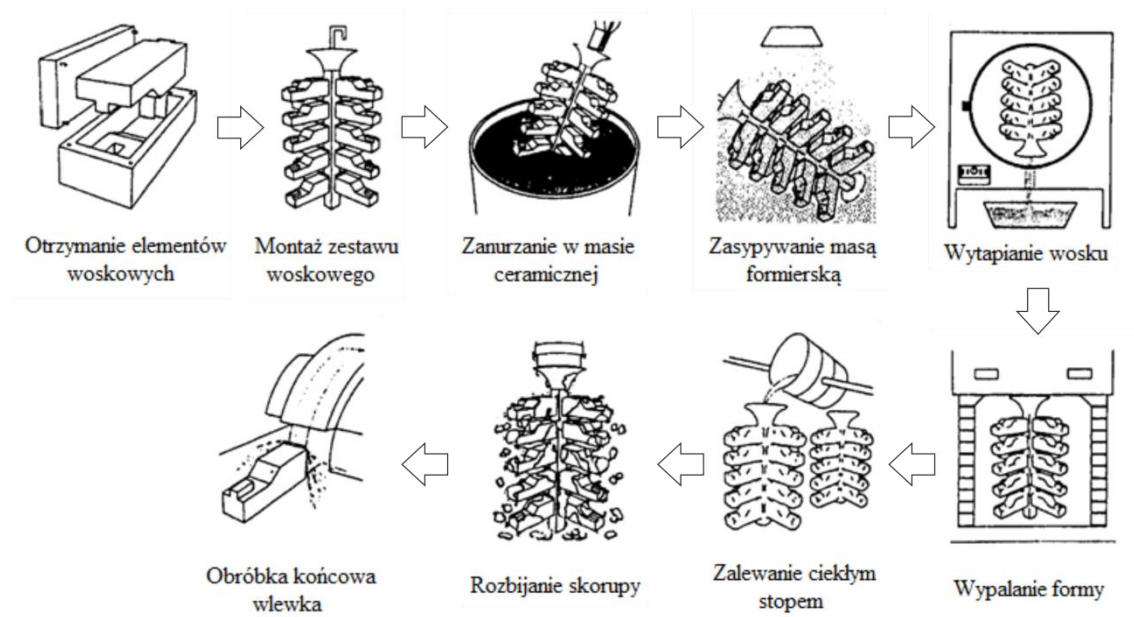
2.2 Otrzymywanie monokrystalicznych nadstopów niklu

Od lat 70 tych XX w. do otrzymywania najbardziej obciążonych w czasie eksploatacji elementów turbin gazowych stosowano odlewanie precyzyjne z zastosowaniem metody traconego wosku. Proces odlewania tą metodą składa się z wielu etapów. Pierwszym z nich jest przygotowanie formy odlewniczej [7], który obejmuje:

1. Otrzymywanie elementów woskowych formy, poprzez wtrysnięcie wosku do form metalowych.
2. Połączenie w zestaw poszczególnych woskowych elementów tworząc całościowy model formy.
3. Wytworzenie kolejnych powłok formy poprzez zanurzanie modelu w ciekłej masie ceramicznej.
4. Wygrzanie skorupy formy w autoklawie w celu wytopienia wosku.

5. Umieszczenie formy w piecu, zalanie ciekłym stopem, a następnie schłodzenie w określonych warunkach w celu uzyskania pożądanej mikrostruktury.
6. Rozbicie formy, odcięcie nadadków technologicznych oraz wypiąskowanie elementów odlewów z pozostałości masy ceramicznej.

Powyższy proces został schematycznie przedstawiony na rysunku 3.

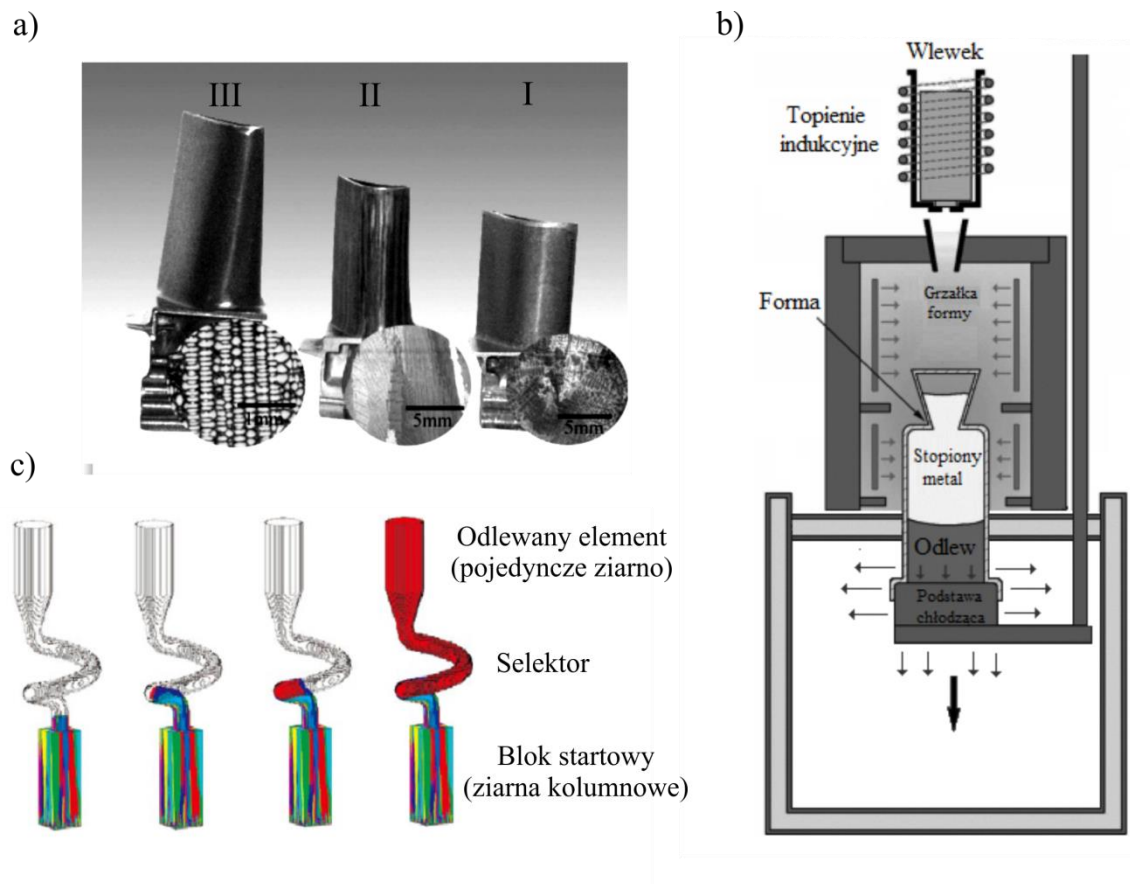


Rys. 3 Schemat kolejnych etapów odlewania precyzyjnego metodą traconego wosku [8].

Gdy po raz pierwszy zastosowano metodę odlewania precyzyjnego krystalizacja odbywała się poprzez wielokierunkowe odprowadzanie ciepła inicjowanego w momencie wygaszania elementów grzejnych pieca. Otrzymywano dzięki tym procesom strukturę ziaren równoosiowych (Rys. 4a, łopatką I). Badania wykazały jednak, że odlew zawierający ziarna kierunkowe równoległe do przyłożonego obciążenia będzie znacznie odporniejszy na pełzanie zachodzące w czasie eksploatacji [9]. Firma Pratt & Whitney na początku lat 80-tych rozpoczęła produkcję łopatek kierunkowo odlewanych z nadstopu niklu PWA1422. Aby wytworzyć mikrostrukturę ziaren kolumnowych, jednakowo ukierunkowanych, wstępnie podgrzaną formę ustawia się na chłodzonej podstawie w piecu. Następnie formę zalewa się ciekłym stopem

i opuszcza wyprowadzając z obszaru grzania z prędkością kilku milimetrów na minutę. Działanie tej metody jest analogiczne do tradycyjnej metody Bridgmana (Rys. 4b) stosowanej najczęściej do otrzymywania monokryształów półprzewodników. Tak przeprowadzony proces pozwala na kierunkowe przejście frontu krystalizacji wzdłuż odlewu zaczynając od jego podstawy. Prowadzi to do powstania kolumnowych ziaren o granicach równoległych do kierunku przemieszczania frontu krystalizacji (Rys. 4a, łopatką II). Następnie opracowano specjalny wariant tej metody pozwalający na całkowite wyeliminowanie granic ziaren, tak aby cały odlew składał się z jednego ziarna. Polegał on na specjalnie zaprojektowanej podstawie formy zawierającej tzw. blok startowy, będący fragmentem odlewu odpowiedzialnym za zarodkowanie i konkurencyjny wzrost ziaren kolumnowych oraz selektor, czyli spiralny fragment formy w którym następuje zahamowanie wzrostu na ściankach formy ziaren odchylonych od kierunku wyciągania formy. Pod koniec krzepnięcia selektora odbywa się w nim krystalizacja tylko jednego ziarna, które następnie nadaje orientację całemu odlewowi (Rys. 4c) [10].

Pojęcie ziarna dla nadstopów stosowanych w przemyśle lotniczym zawierających głównie dwie bardzo podobne krystalograficznie fazy γ oraz γ' różni się od ogólnie przyjętego pojęcia w inżynierii materiałowej. Dla nadstopów przyjęto nazywać ziarnem obszar którego wszystkie punkty mają tę samą orientację krystaliczną określoną makroskopowymi metodami, np. metodą Laue. Obszar odlewu, który obejmuje wiązka promieniowania rentgenowskiego w metodzie Laue zawiera wiele krystalitów obu faz. Obraz dyfrakcyjny takiego ziarna jest bardzo podobny do obrazów uzyskiwanych dla typowych monokryształów. Jest to spowodowane tym, że fazy γ i γ' posiadają taką samą orientację krystaliczną, zbliżoną strukturę i niemal identyczne parametry sieci. Ziarno nadstopu niklu nie jest ściśle (w rozumieniu krystalografii) monokryształem, jednak z uwagi na monokrystaliczny charakter związany z podobieństwem obu faz oraz ich jednakową orientacją krystaliczną w dalszej części pracy stosowane będą terminy monokrystaliczny odlew, obszar lub monokrystaliczna łopatką.

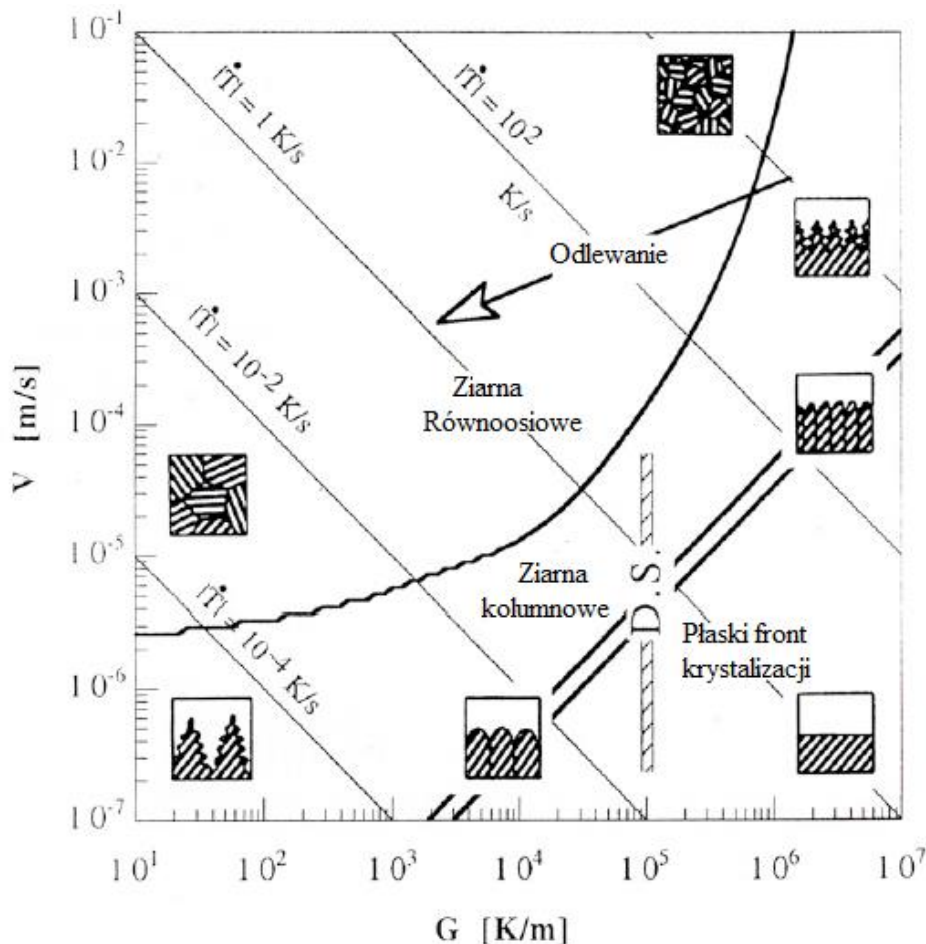


Rys. 4 Obraz mikrostruktury łopatek turbin w zależności od technologii odlewania: ziarna równoosiowe - I, kolumnowe - II oraz monokryształ - III (a), schemat metody Bridgmana otrzymywania monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu (b), schemat selekcji pojedynczego ziarna poprzez geometrię selektora (c) [11,12].

2.3 Makro i mikrostruktura oraz skład chemiczny monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu

Podczas krystalizacji ciekłego stopu powstaje jego struktura pierwotna. Mechanizm tworzenia struktury w metodzie Bridgmana zależy głównie od: składu chemicznego stopu, gradientu temperatury oraz prędkości krystalizacji. W zależności od doboru tych parametrów, przy zadanym składzie chemicznym, struktura pierwotna może tworzyć się w wyniku wzrostu komórkowego,

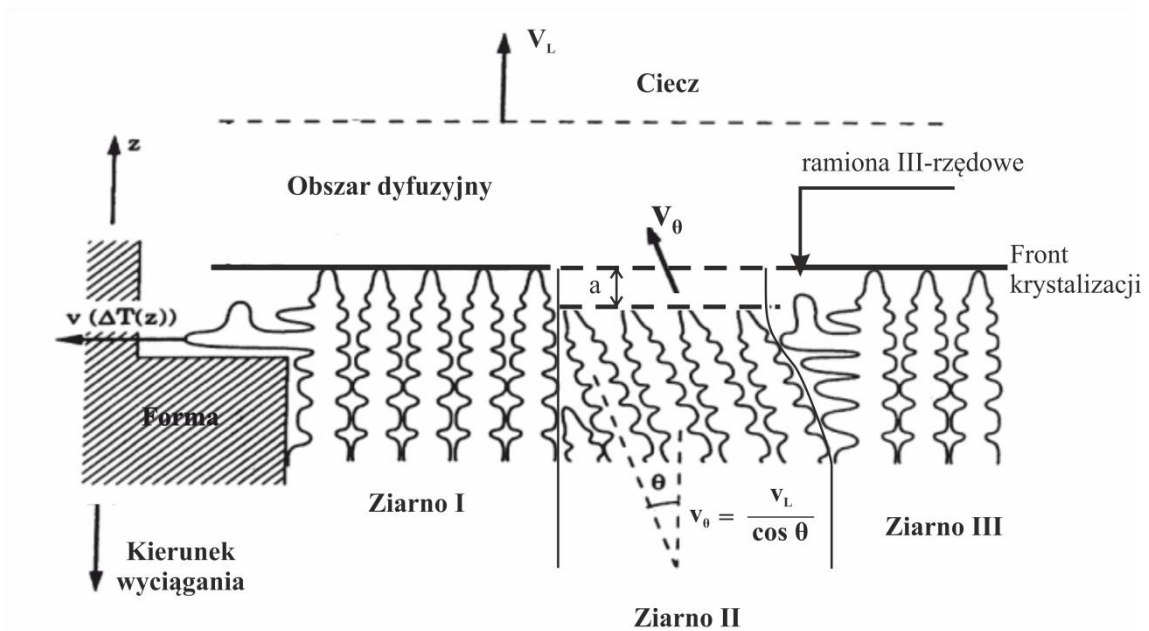
komórkowo-dendrytycznego lub dendrytycznego. Różnice morfologii granicy międzyfazowej i mikrostruktury nadstopu w zależności od gradientu temperatury oraz prędkości wzrostu przedstawia rysunek 5 [13-15].



Rys. 5 Wykres przedstawiający różnice w morfologii granicy międzyfazowej i mikrostruktury nadstopu w zależności od gradientu temperatury (G) oraz prędkości wzrostu (V). $|\dot{T}|$ - prędkość obniżania temperatury (zależne od G oraz V - posiada liniowy charakter przy stałym gradientie wzdłuż formy) [16,17].

W praktyce przemysłowej stosuje się najczęściej odlewanie z prędkościami umożliwiającymi wzrost komórko-dendrytyczny. W tym przypadku komórka dendrytyczna rozwija się przede wszystkim w kierunku przepływu ciepła. Jedną z podstawowych cech tak zbudowanej struktury jest anizotropia właściwości wytrzymałościowych oraz segregacja składników stopowych. Zagadnienia te zostały szerzej opisane w kolejnym rozdziale.

W odlewie monokrystalicznym nadstopu niklu krystalizacja rozpoczyna się w bloku startowym, gdzie następuje tzw. konkurencyjny wzrost kryształów słupkowych lub dendrytów. Uproszczony schemat wzrostu przedstawiono na rysunku 6 [18].



Rys. 6 Schemat opisujący konkurencyjny wzrost kolumnowych ziaren [18].

Dendryty ziaren I oraz III są zorientowane zgodnie z kierunkiem gradientu temperatury. Natomiast dendryty ziarna II są nachylone o kąt θ względem tego kierunku. W tym przypadku dendryty odchylonego ziarna II, aby utrzymać front krystalizacji na poziomie ziaren I i II, i nie pozostać oddalone o odległość a (a , Rys. 6), muszą rosnać z większą prędkością:

$$V_{\theta} = \frac{V_L}{\cos \theta} \quad (1)$$

Gdzie V_L = prędkość izotermy likwidus (prędkość frontu krystalizacji);

θ = kat dezorientacji.

Wzrost odchylonego ziarna II może zostać zatrzymany na skutek dwóch mechanizmów. Pierwszy z mechanizmów występujący w wyniku interakcji pomiędzy ziarnem I oraz II polega na zatrzymaniu wzrostu pierwotnych ramion dendrytów ziarna II na wcześniej skryształizowanych ramionach ziarna I. Drugi mechanizm obecny jest w przypadku ziaren II oraz III. Na skutek odchylenia kierunku krystalizacji dendrytów ziarna II powstała wolna przestrzeń wypełniają drugorzędowe ramiona dobrze zorientowanego ziarna III. Ramiona te są następnie podstawą do krystalizacji ramion trzeciorzędowych. W rezultacie tego mechanizmu nastąpi zarośnięcie zdeorientowanego ziarna II ramionami drugiego rzędu ziarna III. Dalszy wzrost ziarna II będzie zatrzymany [18].

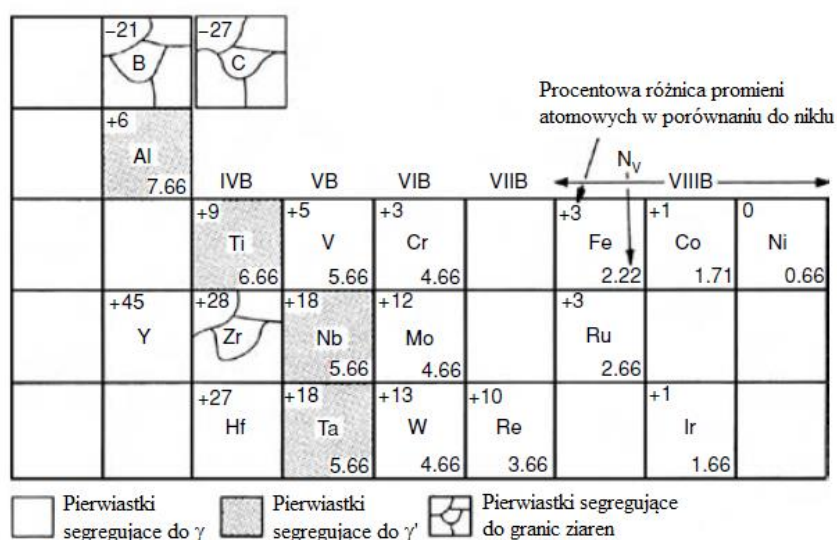
W metodzie krystalizacji kierunkowej o orientacji oraz charakterze mikrostruktury odlewu decydują te ziarna, których kierunek wzrostu jest najbardziej zbliżony do kierunku przepływu ciepła. W ujęciu mikroskopowym o kierunku wzrostu decyduje również struktura sieci krystalicznej. Dla regularnych faz nadstopów na bazie niklu: γ i γ' , ich przeważająca orientacja wzdłuż kierunku wzrostu to $\langle 001 \rangle_\gamma$ i $\langle 001 \rangle_{\gamma'}$.

Nadstopy niklu należą do jednych z najbardziej złożonych materiałów stworzonych przez człowieka. W ich skład wchodzi około dziesięciu, a niekiedy i więcej pierwiastków stopowych (Tab. 1) [19].

Zastosowanie tak szerokiej gamy pierwiastków nie jest przypadkowe. Każdy pierwiastek odgrywa swoją rolę segregując do poszczególnych obszarów strukturalnych nadstopów, a w szczególności do ich dwóch podstawowych faz γ oraz γ' (Rys. 7). Pierwszą grupę pierwiastków tworzą te o zbliżonym do niklu promieniu atomowym: kobalt, żelazo, chrom, ruten, molibden, wolfram, ren, iryd, wanad, itr, hafn oraz sam nikiel. Głównym obszarem ich lokalizacji jest faza γ , a jedną z podstawowych funkcji jest jej stabilizacja. Drugą grupę tworzą takie pierwiastki, jak: aluminium, tytan, niob, tantal. Pierwiastki te segregują do fazy γ' . W stopach polikrystalicznych wcześniej stosowano dodatki boru, cyrkonu oraz węgla w celu stabilizacji granic ziaren, jednak w stopach monokrystalicznych stały się one zbędne.

Tabela 1 Skład chemiczny wybranych nadstopów niklu (% mas.) [20].

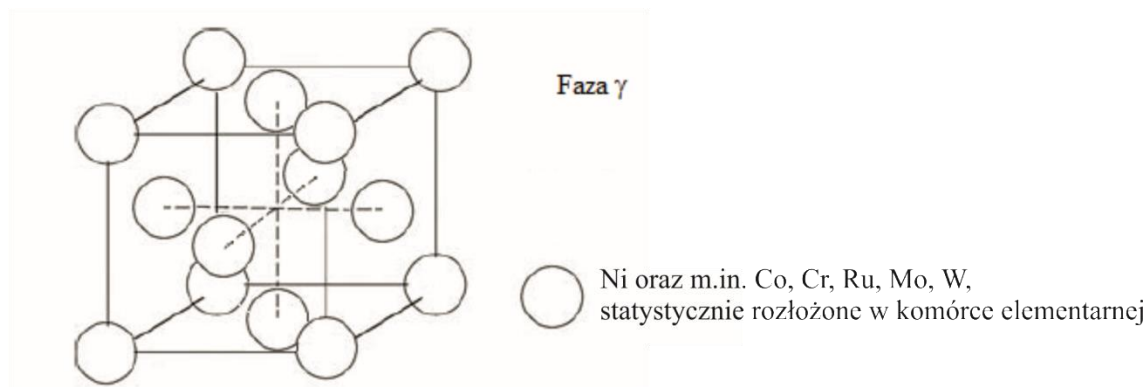
Stop	Cr	Co	Mo	Re	W	Al	Ti	Ta	Inne	Gęstość (g/dm ³)	Generacja	Producent
CMSX-2	8	4.6	0.6	-	8	5.6	1	6	-	8.60	1	Cannon Muskegon
PWA1480	10	5	-	-	4	5	1.5	12	-	8.70	1	Pratt & Whitney
CMSX-4	6.5	9	0.6	3	6	5.6	1	6.5	0.1 Hf	8.70	2	Cannon Muskegon
PWA1484	5	10	2	3	5	5.6	-	8.7	-	8.95	2	Pratt & Whitney
Rene N5	7	8	2	3	5	6.2	-	7	0.2 Hf	8.70	2	GE
CMSX-10	2	3	0.4	6	5	5.7	0.2	8	0.03 Hf 0.1 Nb	9.05	3	Cannon Muskegon
Rene N6	4.2	12.5	1.4	5.4	6	5.75	-	7.2	0.15 Hf	8.97	3	GE
TMS-75	3	12	2	5	6	6	-	6	0.1 Hf	8.89	3	NIMS
N1	2.5	11	2	9	1.3	5.75	-	8.8	-	9.09	3	VIAM
TMS-138	3.2	5.8	2.8	5	5.9	5.9	-	5.6	2 Ru	8.95	4	NIMS;IHI
PWA1497	2	16.5	2	5.95	6	5.55	-	8.25	0.15 Hf	9.20	4	Pratt & Whitney
N4	2.5	6.3	4	5	4	6	-	4.5	4 Ru	8.87	4	VIAM
TMS-162	2.9	5.8	3.9	4.9	5.8	5.8	-	5.6	6 Ru 0.09Hf	9.04	5	NIMS;IHI
TMS-196	4.6	5.6	2.4	6.4	5	5.6	-	5.6	5 Ru 0.1 Hf	9.01	5	NIMS; IHI



Rys. 7 Pierwiastki nadstopów niklu z podziałem na kategorie ich segregacji [21].
 N_v ($N_v = 10.66(\pm 3) - n_{3d+4s+4p}$) - stężenie dziur elektronowych wpływająca na tworzenie kruchych faz.

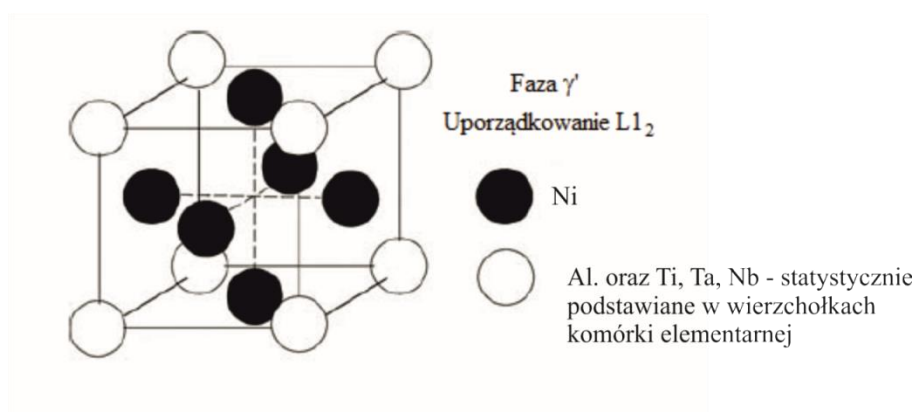
Większości stosowanych nadstopów na bazie niklu zawiera następujące fazy:

1. **Faza γ .** Roztwór stały na osnowie niklu o strukturze regularnej ściennie centrowanej A1 (grupa przestrzenna $Fm\bar{3}m$), (Rys. 8). Faza ta nazywana jest osnową nadstopów, chociaż objętościowo zajmuje mniej niż 30%. Znajduje się ona pomiędzy krystalitami fazy γ' i w ten sposób je zespała.



Rys. 8 Model komórki elementarnej fazy γ [7].

2. **Faza γ' .** Regularna faza międzymetaliczna $Ni_3(Al, Ti, Ta)$ tworząca koherentne, sześciennie wydzielienia w osnowie fazy γ , o strukturze $L1_2$ (grupa przestrzenna $Pm\bar{3}m$) (Rys. 9). Posiada ona szczególne właściwości wysokotemperaturowe, jej wytrzymałość w próbie rozciągania jednoosiowego wzrasta wraz ze wzrostem temperatury do ok. 850 °C. Udział objętościowy w stopie wynosi ok. 70% [7].



Rys. 9 Model komórki elementarnej fazy γ' [7].

3. **Fazy topologicznie gęsto obsadzone (TCP)** σ , μ , R, P. Są to kruche fazy międzymetaliczne w postaci płytkowych lub iglastych wydzielen, obniżające ciągliwość oraz wytrzymałość na pełzanie nadstopów. Powstają najczęściej w czasie eksploatacji [22]. Opis krystalograficzny wybranych faz TCP przedstawiono w tabeli 2.

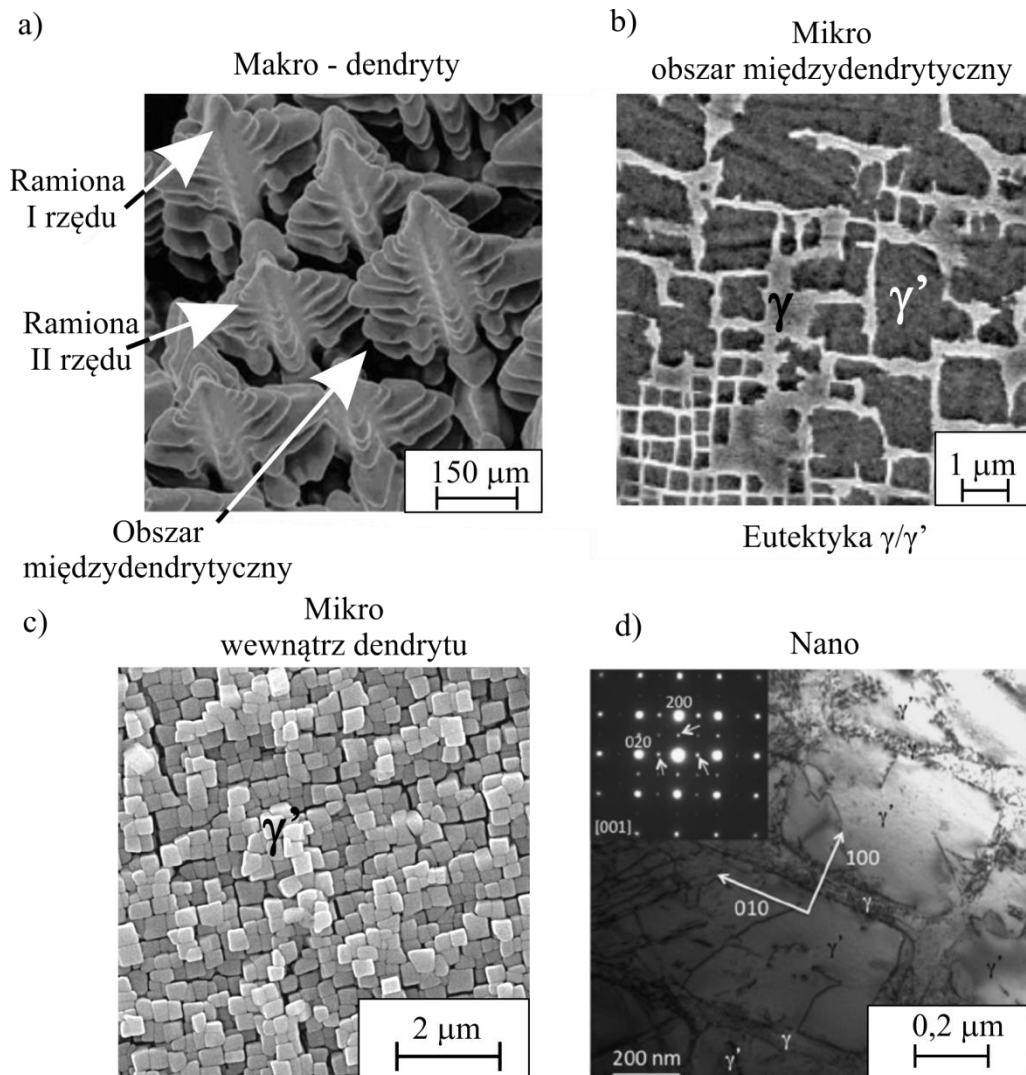
Tabela 2 Wybrane parametry krystalograficzne faz TCP [23].

Faza TCP	Układ	Grupa przestrzenna	Ilość atomów na komórkę elementarną
σ	Tetragonalny	$P4_2/mnm$	30
P	Rombowy	Pnma	56
μ	Trygonalny	$R\bar{3}m$	13 (heks. 39)
R	Trygonalny	R-3	53 (heks. 159)

Dodatkowo większość nadstopów w stanie po odlaniu zawiera ok. 2% niestechiometrycznej eutektyki ($\gamma + \gamma'$) w obszarach międzydendrytycznych. Obszary eutektyki są niepożądane z uwagi na ich kruchość, a co za tym idzie tendencje do inicjacji procesu pęknięcia. Długotrwała obróbka cieplna stopów pozwala na jej całkowitą eliminację [24-27].

Złożoność struktury monokrystalicznych nadstopów niklu wymaga jej charakteryzacji zarówno w skali makro, jak i mikro (Rys. 10). Do defektów skali makroskopowej można odnieść wszystkie nieregularności struktury dendrytycznej, w tym defekty typu makroskopowych granic niskiego kąta. Granice te mogą mieć długość kilku centymetrów, tworząc tzw. strukturę blokową (eng. subgrain structure). Jednak struktura blokowa monokrystalicznych dendrytycznych odlewów nadstopów niklu jest bardziej złożona, niż znana na przykład z półprzewodnikowych monokryształów. Dendryty, o rozpiętości ramion rzędu 200 - 500 μm oraz mniejsze obszary międzydendrytyczne zbudowane są z obu faz: γ i γ' , o wymiarach rzędu 0,3 - 1 μm .

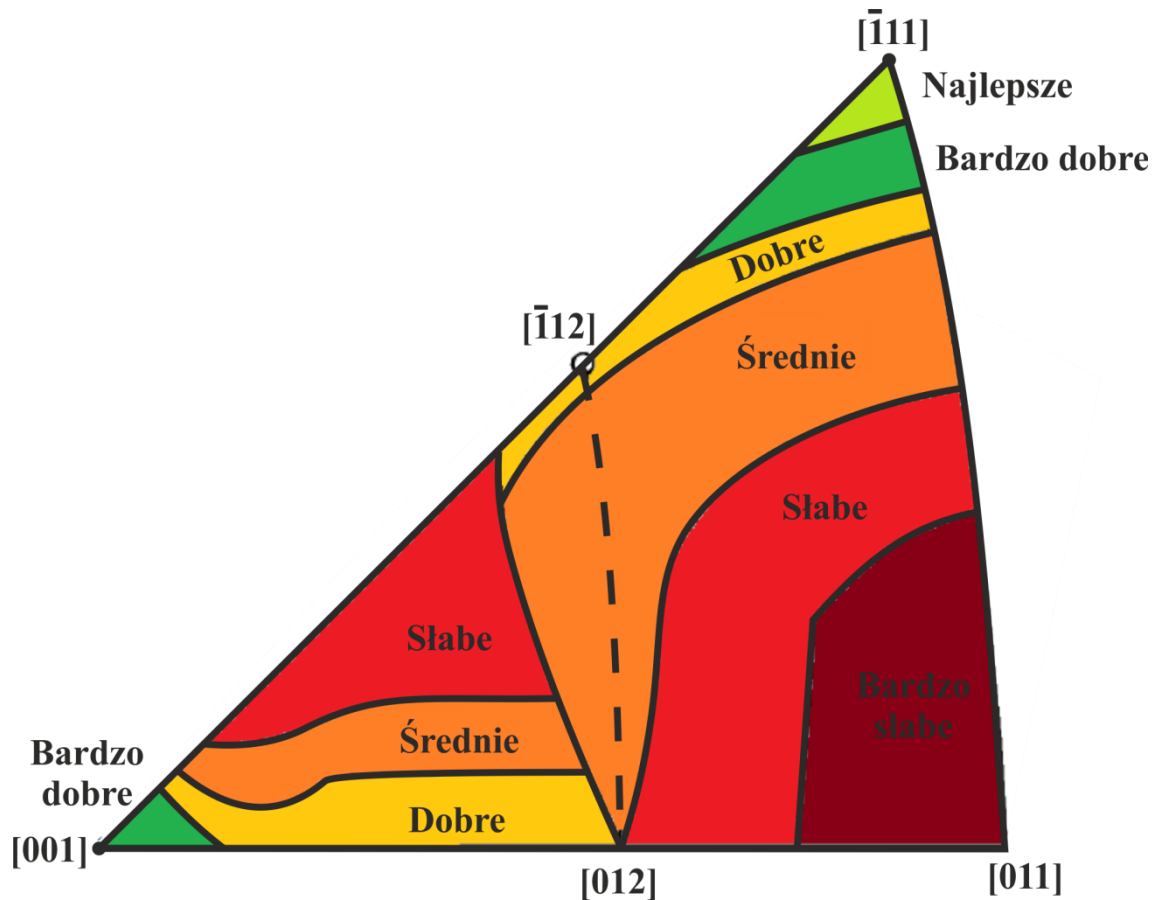
W takim układzie defekty skali makro mogą powstawać już na poziomie krystalizacji mikrostruktury sześcianów fazy γ' oraz osnowy γ . Dopiero pełne zrozumienie zależności występujących w tak złożonym układzie może pomóc w odnalezieniu przyczyn powstawania oraz wzajemnych relacji poszczególnych defektów i w następstwie pozwoli na ich eliminację w monokrystalicznych odlewach o złożonym kształcie, takich jak łopatki silników lotniczych.



Rys. 10 Makro, mikro i nanostruktura monokrystalicznych nadstopów niklu. (a) struktura dendrytyczna; (b) mikrostruktura na granicy ramienia dendrytu oraz eutektyki; (c) mikrostruktura faz γ/γ' ; (d) struktura dyslokacyjna w wydzieleniach fazy γ' oraz w fazie γ [28-30].

2.3.1 Anizotropia właściwości nadstopów niklu

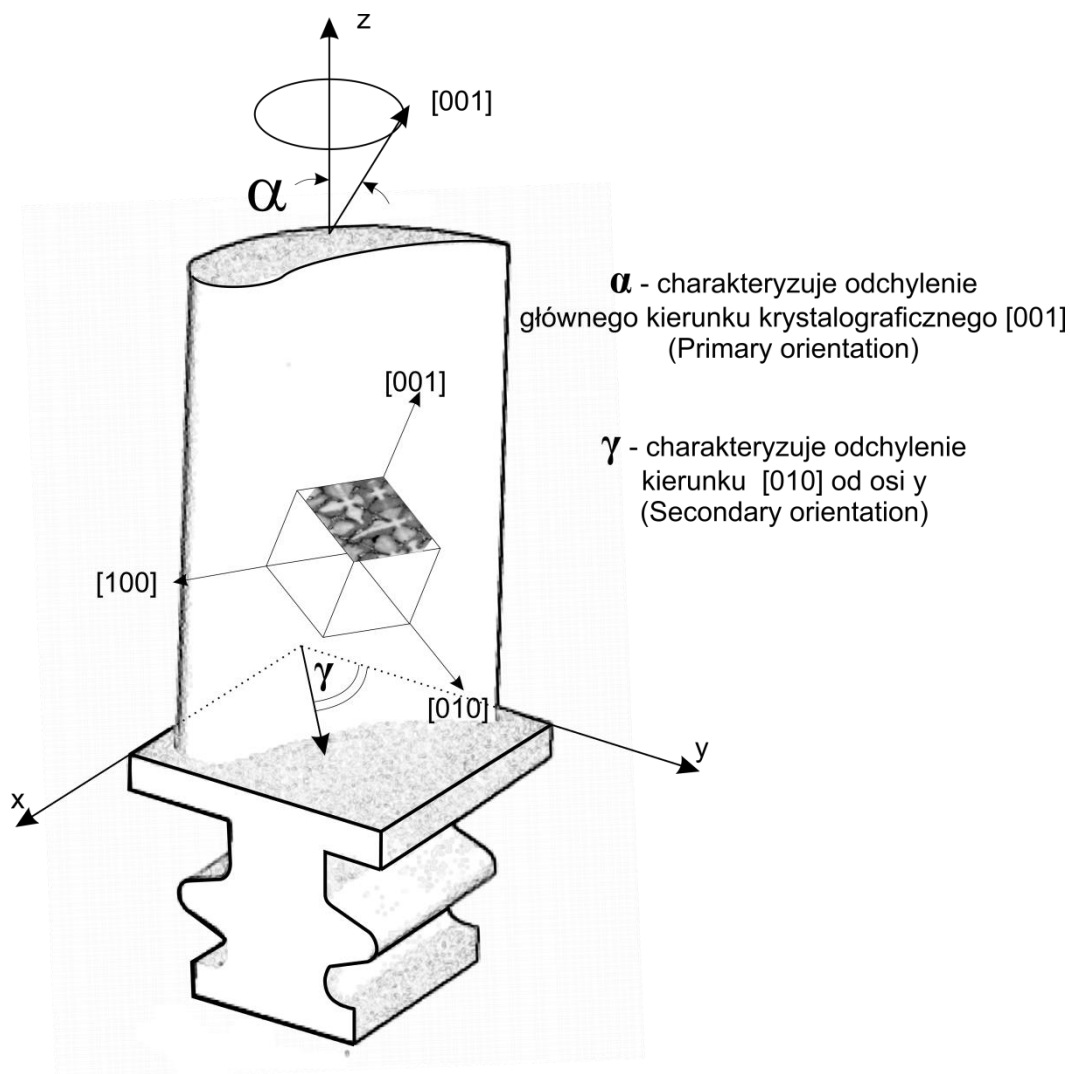
Z uwagi na ukierunkowanie struktury monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu wiele właściwości mechanicznych, głównie wytrzymałość na pełzanie, jest silnie zależnych od orientacji struktury krystalicznej. Rysunek 11 przedstawia wpływ poszczególnych orientacji krystalograficznych, równoległych do osi przyłożonej siły, na wytrzymałość na pełzanie w wysokich temperaturach [31,32].



Rys. 11 Właściwości monokrystalicznego nadstopu niklu w próbie pełzania (760°C, jednoosiowy stan naprężeń) w zależności od jego orientacji wzdłuż osi obciążenia [32].

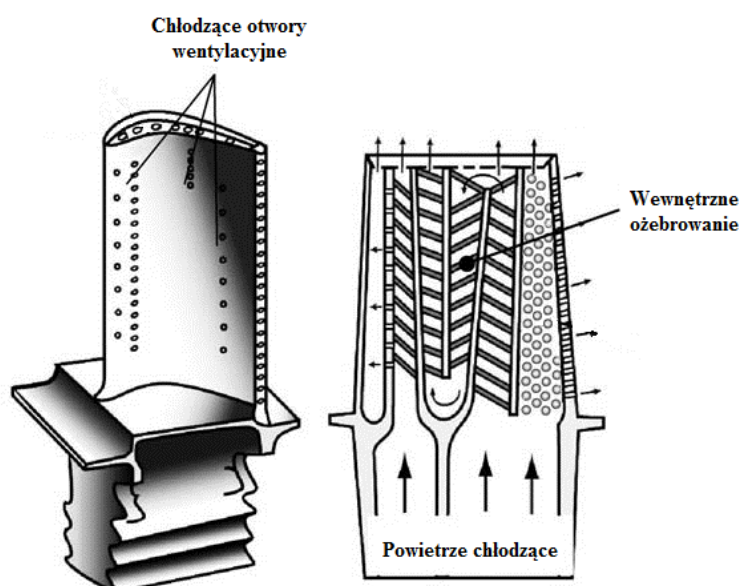
Z uwagi na bardzo dobrą odporność na pełzanie, dużą wytrzymałość na zmęczenie cieplne oraz stosunkowo łatwe otrzymywanie odlewów, najczęściej uzyskuje

się łopatki turbiny z kierunkiem $[001]$ równoległym lub nieznacznie odchylonym od głównej osi łopatki – Z. Oś ta jest równoległa do działania największej siły obciążającej (odśrodkowej). Kierunek $[001]$ w tym przypadku odnosi się do obydwu faz γ i γ' , dlatego w literaturze często spotyka się oznaczenie $[001]_{\gamma/\gamma'}$. Jednak badania wykazały, iż odchylenie kierunku $[001]$ o kąt przekraczający $10 - 15^\circ$ od osi przyłożenia siły rozciągającej znacząco zmniejsza czas do zerwania [34-36]. W anglojęzycznej nomenklaturze odchylenie kierunku $[001]$ od osi Z łopatki określa orientację pierwszego rzędu (primary orientation) i oznaczane jest kątem α (Rys. 12). Odchylenie tego kierunku większe od 15° dyskwalifikuje odlew z procesu produkcji.



Rys. 12 Opis dezorientacji w odlewach łopatek turbiny. Z – oś łopatki turbiny [33].

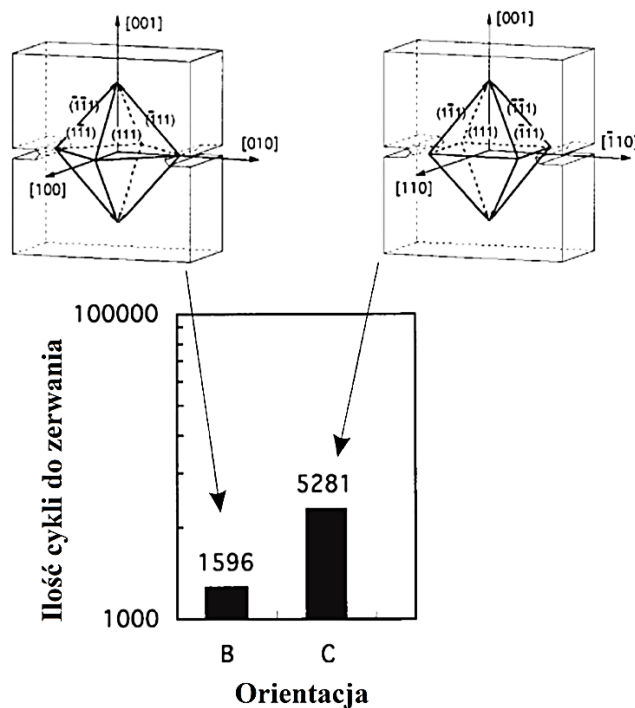
Orientacja kierunku prostopadłego, np. [010], leżącego w przybliżeniu na płaszczyźnie prostopadłej do osi łopatki (kąt α jest niewielki) określana jest jako orientacja drugorzędowa (eng. secondary orientation) i jest opisywana kątem γ [37]. Nie jest ona brana pod uwagę podczas kontroli jakości w procesach produkcyjnych. Jednak badania przeprowadzone w ostatnich latach wskazują na bezpośredni wpływ ułożenia kierunku prostopadłego na odporność na pękanie monokrystalicznych nadstopów niklu [38]. Ma to wpływ szczególnie w przypadku nowych generacji wentylowanych łopatek silników, które posiadają sekcje o zróżnicowanym przekroju poprzecznym ścianek oraz otwory wentylacyjne [38]. Miejsca o złożonym kształcie wewnątrz łopatki turbiny oraz otwory na krawędziach pióra (Rys. 13) są najczęstszymi miejscami powstawania pęknięć [40,41].



Rys. 13 Schemat wentylowanej łopatki turbiny silnika lotniczego nowej generacji [40,41].

Rysunek 14 przedstawia wpływ orientacji drugorzędowej na czas do zerwania próbek z wykonanym karbem. W przypadku próbki w kształcie płytki z karbem, przy ułożeniu kierunku krystalicznego [010] prostopadle do wcięcia karbu, ilość cykli do zerwania wynosi 1596. W przypadku gdy kierunek krystalograficzny $[\bar{1}10]$ jest

prostopadły do wykonanego karbu to ilość cykli do zerwania jest znacznie większa i wynosi 5281. Badanie te wykazały, iż w nowych procesach produkcji łopatek niezbędne jest wprowadzenie precyzyjnej kontroli orientacji zarówno pierwszorzędowej (kąt α), jak i drugorzędowej (kąt γ), pozwalającej na eliminację łopatek o obniżonej wytrzymałości.



Rys. 14 Wytrzymałość próbek z nadstopów niklu w zależności od ich orientacji krystalograficznej względem karbu. [001] – kierunek działania siły [38].

Pomiar wartości kątów dezorientacji α oraz γ w jednym lub kilku punktach i określanie poprzez taki pomiar łopatki jako całości, może być niewystarczające. Badania przekrojów poprzecznych zamka oraz pióra łopatek wskazują, że wartość dezorientacji może się różnić w zależności od obszaru badania danej łopatki. Jest to związane z obecnością granic niskiego kąta w odlewach. Na granicach tych podczas eksploatacji mogą tworzyć się zarodki pęknięcia. W związku z tym rozkład orientacji krystalograficznej w łopatce opisywany zarówno kątem α , jaki i γ jest bardzo ważny. Jedną z metod z powodzeniem wykorzystanych do precyzyjnych badań rozkładu orientacji odlewów jest dyfrakcyjna topografia rentgenowska.

2.4 Dyfrakcyjna topografia rentgenowska nadstopów

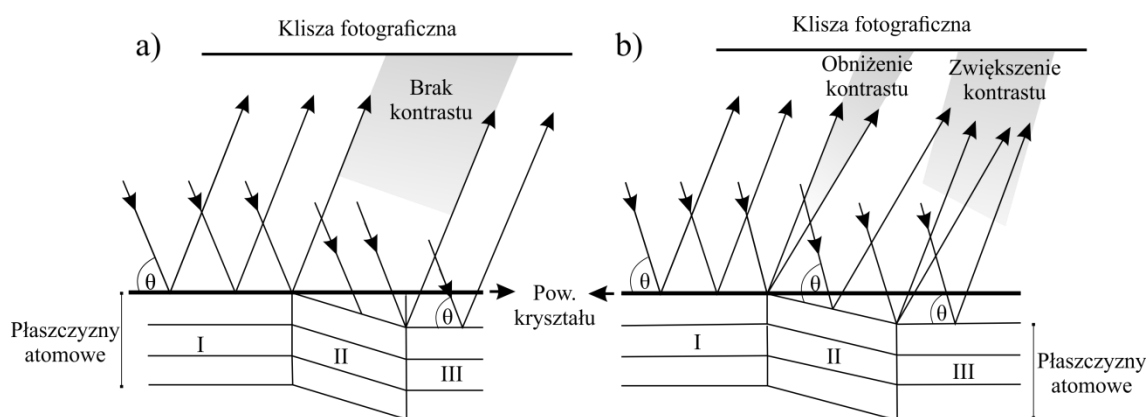
Celem metod odbiciowych dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej jest zobrazowanie na kliszy fotograficznej mapy rozkładu intensywności wiązki dyfrakcyjnej pochodzącej z badanych płaszczyzn krystalograficznych przy powierzchni kryształu. Defekty oddziałują na intensywność promieniowania rentgenowskiego powodując zmianę kontrastu poszczególnych obszarów otrzymanego obrazu. W latach 60-tych i 70-tych XX wieku wykorzystanie metody topografii rentgenowskiej w badaniach monokryształów półprzewodnikowych umożliwiło obserwowanie różnorodnych defektów, takich jak wtrącenia, obszary odkształcenia, a nawet pojedyncze dyslokacje [42-45]. Było to możliwe jedynie dla monokryształów o bardzo wysokiej doskonałości.

Dla stricte monokryształów (jednofazowych) kontrast na topogramie można podzielić na dwa typy:

a) Kontrast orientacyjny

Kontrast ten bezpośrednio wynika z prawa Bragga i występuje gdy część kryształu posiada inną orientację. Tak zbudowany kryształ nazywamy kryształem mozaikowym (eng. mosaic crystal), a obszary o różnej orientacji blokami lub subziarnami (eng. subgrains). Przy dużych kątach wzajemnej dezorientacji bloków część bloków mozaiki może nie spełniać warunku Bragga (Rys. 15a). W takim przypadku widoczne będą obszary nie dające obrazu dyfrakcyjnego.

W przypadku gdy wszystkie fragmenty badanego obszaru spełniają warunek Bragga na skutek dezorientacji zawierającej się w granicach rozbieżności wiązki lub oscylacji próbki, powstałe wiązki dyfrakcyjne z miejsc o różnych orientacjach będą miały różne kierunki. Prowadzi to do lokalnego zwiększenia kontrastu w jednym miejscu topogramu i jego zaniku w innym miejscu (Rys. 15b).

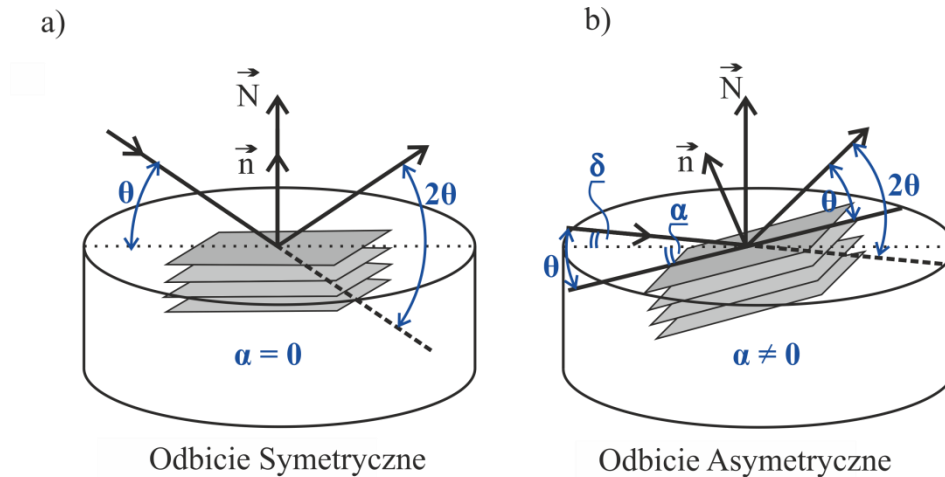


Rys. 15 Schemat powstawania kontrastu orientacyjnego: (a) blok II mozaiki nie spełnia warunku Bragga (brak odbicia); (b) blok II mozaiki spełnia warunek Bragga (odbicie zachodzi w różnych kierunkach)[42].

b) Kontrast ekstynkcyjny

Jeżeli obszar próbki posiada tą samą orientację krystalograficzną, co otaczające go obszary, ale jednak posiada defekty struktury, to intensywność wiązki dyfrakcyjnej będzie zależeć od jego lokalnej zdolności rozpraszania wiązki rentgenowskiej. Zdolność rozpraszania tzw. „idealnego kryształu” oraz tzw. „zdefektowanego” jest różna. Dla monokryształu o wysokim stopniu doskonałości lokalne defekty mogą spowodować powstanie kontrastu z obszarów zdefektowanych, w porównaniu do niezdefektowanego otoczenia [46]. Kontrast ekstynkcyjny może być opisany poprzez kinematyczną i dynamiczną teorie dyfrakcji rentgenowskiej. Pierwsza z nich – teoria kinematyczna dobrze opisuje wyniki dla kryształów zmozaikowanych. Kontrast ekstynkcyjny zależy od kwadratu modułu czynnika struktury $|F|^2$. Czynnikiem struktury F z kolei jest funkcją szeregu parametrów, takich jak: skład chemiczny i położenie atomów w komórce elementarnej, stopień uporządkowania atomów dla roztworów stałych, czy lokalnych odkształceń sieci krystalicznej [46,47].

Odbiciowe topogramy rentgenowskie mogą być rejestrowane w dwóch różnych geometriach: symetrycznego oraz asymetrycznego odbicia (Rys. 16). Możliwość otrzymania topogramów zależy od orientacji krystalograficznej próbki w odniesieniu do badanej powierzchni [48].



Rys. 16 Schemat przedstawiający geometrię odbicia od płaszczyzn krystalograficznych: (a) symetrycznego, (b) asymetrycznego. θ – kąt Bragga, α – kąt pomiędzy powierzchnią badaną, a płaszczyznami dyfrakcyjnymi, δ – kąt pomiędzy wiązką pierwotną, a powierzchnią badaną, \vec{n} – normalna do płaszczyzn na których zachodzi dyfrakcja, \vec{N} – normalna do powierzchni próbki. Przekształcono z [48].

Najprostszym sposobem otrzymania topogramu jest uzyskanie odbicia symetrycznego do badanej powierzchni. W tym przypadku płaszczyzny krystalograficzne leżą równolegle do badanej powierzchni próbki, a wektor dyfrakcji ułożony jest wzdłuż normalnej do powierzchni próbki. Symetryczne odbicie nie pozwala na odzwierciedlenie defektów związanych z lokalnym obrotem sieci krystalicznej (bloków mozaiki) dookoła normalnej \vec{n} , która jest też normalną \vec{N} do badanej powierzchni (Rys. 16a) [48]. Odbicia asymetryczne umożliwiają obrazowanie defektów orientacyjnych (bloków mozaiki) związanych z lokalnym obrotem sieci względem normalnej \vec{N} do badanej powierzchni (Rys. 16b), równoległych do powierzchni badanej kryształu [48]. Jednak możliwość ich otrzymania zależy od orientacji próbki i warunków uzyskania topogramu.

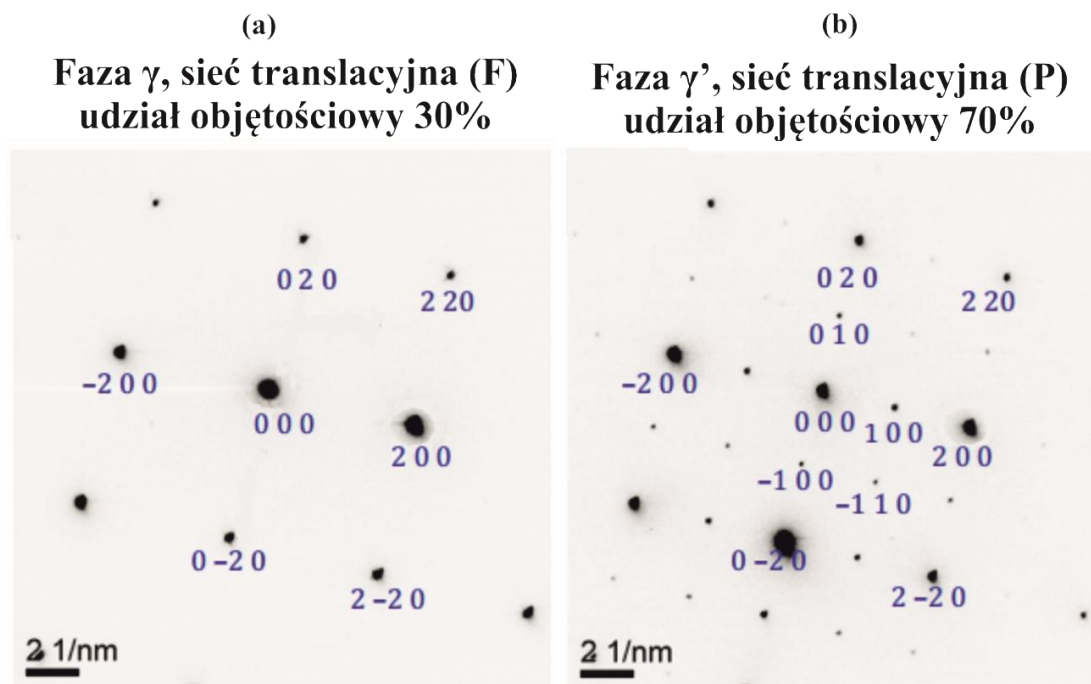
Obecnie wykorzystuje się wiele różnych modyfikacji metody topografii rentgenowskiej różniących się charakterem wiązki pierwotnej (typ widma, geometria wiązki) oraz geometrią ruchu detektora (kliszy) oraz próbki. Stosuje się także metody topografii z zastosowaniem kryształu monochromatora wiązki pierwotnej. Są one bardzo czułe na wiele typów defektów o nawet niewielkim odkształceniu sieci w obszarach rzędu 100 μm [49-51]. Mniej czułe metody, jak Berga-Barretta bądź Auleytnera, stosowane w przypadku kryształów silnie zdefektowanych pozwalają na uwidocznienie różnorodnych defektów, takich jak wtrącenia obcej fazy bądź lokalne dezorientacje od kilku minut kątowych do kilku stopni [52-55]. Część z nich z powodzeniem zastosowano w przypadku monokrystalicznych nadstopów niklu.

2.4.1 Warunki dyfrakcji

Do badań monokrystalicznych odlewów z nadstopów niklu często stosuje się metody dyfrakcji rentgenowskiej lub elektronowej [56,57]. Dyfrakcja na złożonej strukturze układu dwóch faz γ i γ' ma swoje cechy charakterystyczne. Z uwagi na zbliżone wartości parametrów komórek oraz różnice w grupach przestrzennych, niektóre refleksy dyfrakcyjne są wspólne dla obu faz (zarówno w dyfrakcji rentgenowskiej, jak i elektronowej), podczas gdy inne pochodzą wyłącznie od fazy γ' . Spowodowane jest to tym, że sieć przestrzenna fazy γ' posiada prymitywną komórkę Bravaisa (typu P), która pozwala na istnienie wszystkich refleksów dyfrakcyjnych. Refleksy o wszystkich indeksach parzystych, bądź wszystkich nieparzystych, pochodzących od płaszczyzn np.: $\{113\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ są refleksami wspólnymi dla obu faz. Refleksy o indeksach mieszanych od płaszczyzn np.: $\{100\}$, $\{210\}$ powstają jedynie od fazy γ' (Rys. 17). Spowodowane jest to tym, że faza γ posiada komórkę Bravaisa ściennie centrowaną (typu F), w której występują refleksy o wszystkich wskaźnikach parzystych lub wszystkich nieparzystych, zgodnie z regułą wygaszeń.

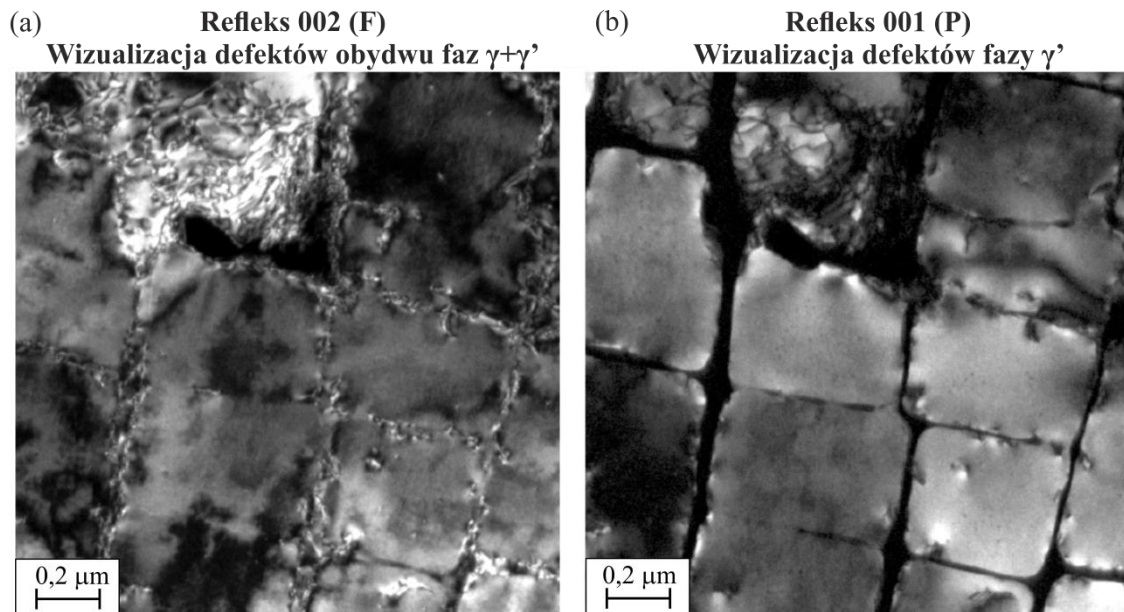
Wymienione właściwości struktury mogą być wykorzystane w badaniach strukturalnych, szczególnie metodami dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej. Może to pozwolić na uwidocznienie oraz rozdzielenie szczegółów fazy γ , bądź γ' . Dodatkowo należy pamiętać, że natężenie I_{hkl} wiązki ugiętej zależy od procentowej

zawartości danej fazy. Ma to szczególne znaczenie gdy wykorzystujemy makroskopowe metody dyfrakcji np. metodę Laue lub topografii rentgenowskiej, w których wiązka dyfrakcyjna pochodzi od dużego obszaru o powierzchni rzędu mm^2 lub cm^2 [59,60].



Rys. 17 Obrazy dyfrakcji elektronowej dla faz: a) γ oraz b) γ' [58]. Dyfrakcja z nanoobszarów, cienkie folie, oś pasa $\langle 001 \rangle$.

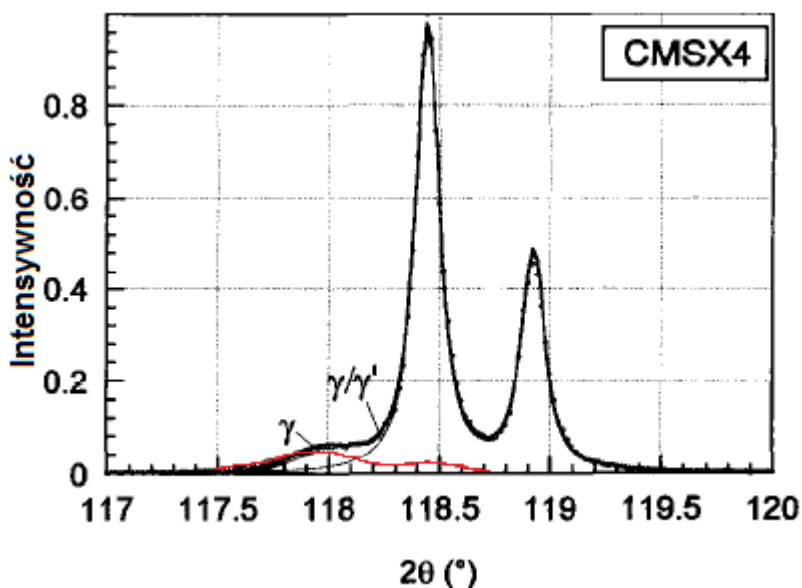
Rysunek 18 przedstawia obrazy struktury nadstopu niklu CMSX-4 uzyskany za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego dla cienkiej folii w ciemnym polu z użyciem dwóch różnych refleksów. Dzięki zobrazowaniu defektów z użyciem refleksu 001 otrzymamy szczegóły struktury utworzone głównie poprzez dyfrakcję od fazy γ' . Użycie refleksu 002 tworzącego obraz struktury możliwe jest uwidocznienie szczegółów obydwu faz. W tym przypadku widoczna jest siatka defektów w fazie γ niewidocznych lub słabo widocznych przy użyciu refleksu 001 (Rys. 18b), natomiast pogarsza się zobrazowanie kształtu cząstek fazy γ' . Podobne różnice mogą być obserwowane przy wizualizacji defektów metodami dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej i mogą być dodatkowo związane z różnym ułożeniem badanej powierzchni względem wiązki rentgenowskiej.



Rys. 18 Porównanie obrazów struktury nadstopu CMSX-4 uzyskanych w ciemnym polu (TEM) z użyciem różnych refleksów. (a) refleks 002; (b) refleks 001 [58].

W badaniach rentgenowskich nadstopów niklu, metodami dyfrakcyjnymi np. topografii rentgenowskiej, często używa się silnych refleksów pochodzących od obu faz w celu podniesienia stosunku sygnału do szumu oraz ograniczenia czasu ekspozycji. Analizując obrazy struktury nadstopów przy użyciu tych refleksów dyfrakcyjnych należy brać pod uwagę różnice w udziale objętościowym obu faz (ok. 70% dla fazy γ' oraz ok. 30% fazy γ).

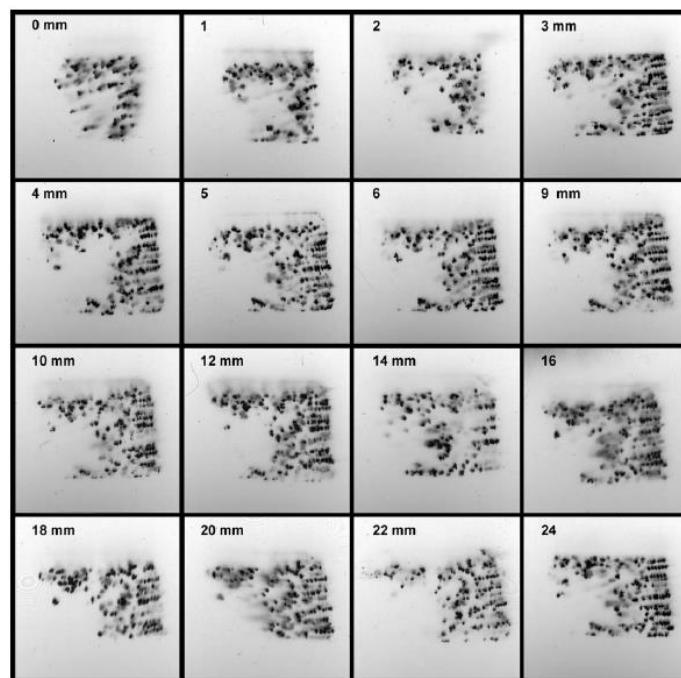
W badaniach strukturalnych bardzo przydatne są również metody dyfraktometryczne, które dodatkowo mogą ułatwić analizę obrazów struktury. Badania profili refleksów mogą ujawnić naprężenia związane np. z niedopasowaniem sieci na granicach obu faz. Naprężenia te powodują obniżenie intensywności wiązki dyfrakcyjnej od fazy γ do ok. 10% całkowitej intensywności refleksu [61]. W wyniku tego na krzywej profilu refleksu 004 ($\gamma + \gamma'$) (Rys. 19), intensywność od fazy γ jest widoczna jedynie w postaci niewielkiego podniesienia poziomemu tła.



Rys. 19 Profil refleksu $400 \text{ Cu}_{K\alpha}$ nadstopu CMSX-4 dopasowany za pomocą programu PeakFit (funkcjami Voigta oraz Gaussa) [61].

2.4.2 Zastosowanie dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej w badaniach nadstopów niklu

Metody topografii rentgenowskiej były już wcześniej wykorzystywane do badań doskonałości strukturalnej nadstopów niklu. Stosowano głównie metody Berga-Barretta i topografii dwu-krystalicznej [62-71]. Otrzymane topogramy były w większości przypadków słabej jakości z uwagi na duże zdefektowanie odlewów. Interpretacja topogramów była również niejednoznaczna. Warte uwagi są badania przeprowadzone przez R. E. Napolitano oraz D. R. Black [62], którzy metodami topografii rentgenowskiej (metodą Berga-Barretta) z wykorzystaniem źródła synchrotronowego badali przekroje poprzeczne odlewów w różnej odległości od selektora. Rysunek 20 przedstawia uzyskane topogramy z powierzchni przekrojów poprzecznych odlewu.

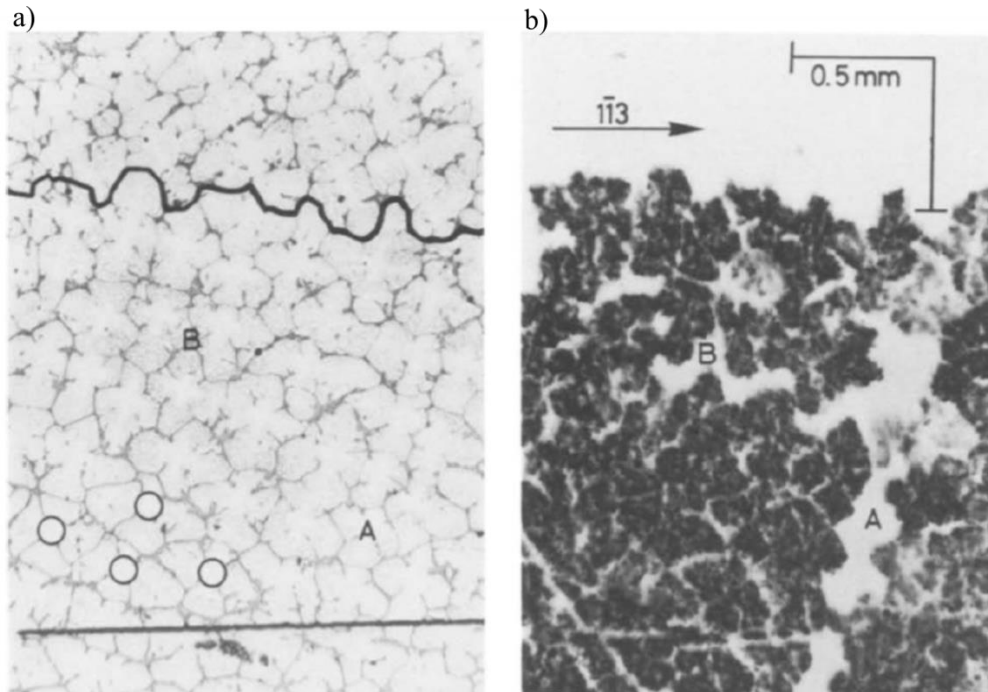


Rys. 20 Topogramy przekrojów poprzecznych monokrystalicznego nadstopu niklu CMSX-4 otrzymanych dla odległości od selektora od 0 do 24 mm [62].

W badaniach wykazano, że struktura mozaikowa tworzy się już na początkowym etapie odlewu, a krystalizacja kolejnych fragmentów nie wpływa znacząco na tworzenie się nowych bloków mozaiki. Stwierdzono również, że dendryty tworzą swego rodzaju domeny - grupy o jednakowej orientacji często nazywane, w analogii do stricte monokryształów, blokami (eng. subgrains).

Badania powstawania kontrastu na topogramach przeprowadzili również M. Rappaz i E. Blank oraz U. Bruckner, et. at. [63]. Wykazali oni różnice doskonałości strukturalnej pomiędzy obszarami ramion dendrytów, a obszarami międzydendrytycznymi. Stwierdzono, że obszar międzydendrytyczny monokrystalicznych odlewów niklu jest silnie zdefektowany. Z kolei drugorzędowe ramiona dendrytów posiadają kilka mikro bloków. Jedynie rdzenie dendrytów można rozpatrywać jako jednorodny obszar o precyzyjnie zachowanej orientacji krystalograficznej. W konsekwencji intensywność wiązki odbitej od rdzeni dendrytów na skutek niskiego zdefektowania jest o jeden rząd silniejsza od intensywności wiązki

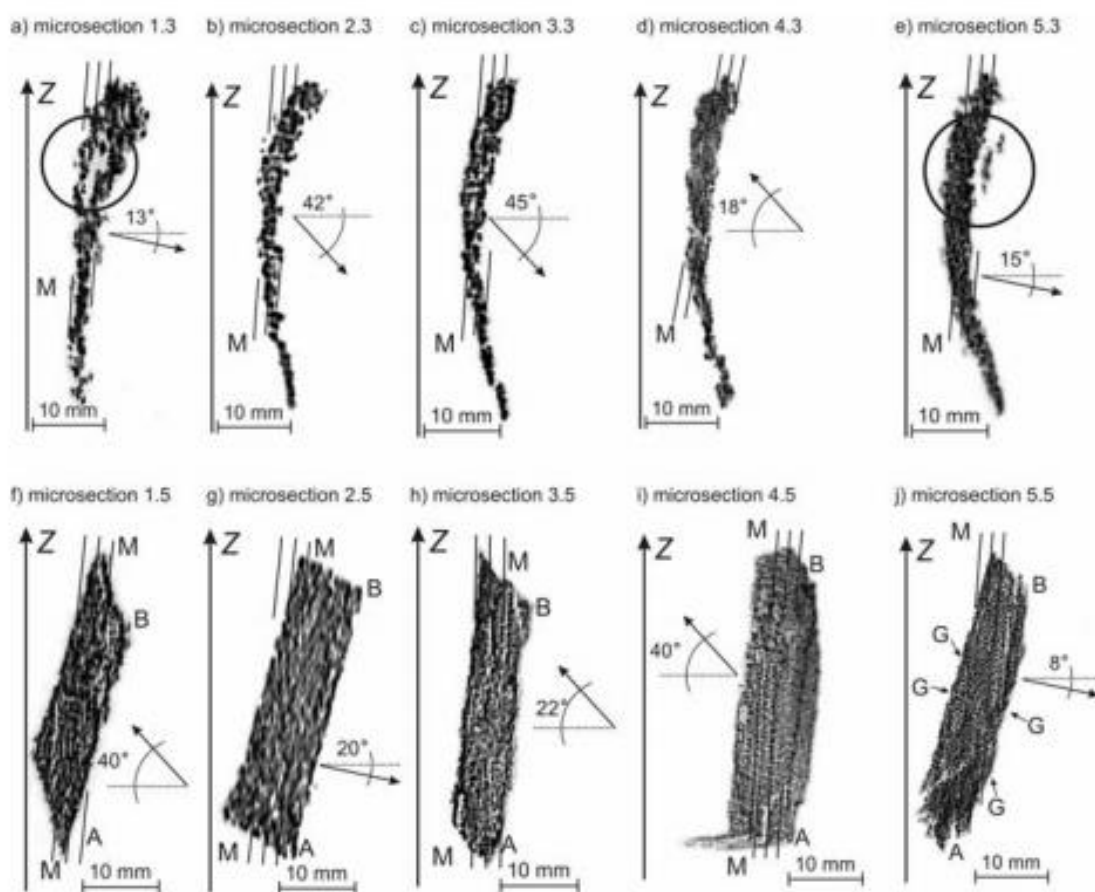
odbitej od obszarów międzidendrytycznych. Porównanie mikrostruktury oraz topogramu powierzchni zglądu nadstopu ujawniło brak kontrastu na topogramach z obszarów międzidendrytycznych. Dodatkowo na topogramach brak kontrastu pewnych fragmentów zglądu może być spowodowany dezorientacją poszczególnych dendrytów lub całych pasm dendrytów (Rys. 21, obszary A i B).



Rys. 21 Obraz mikrostruktury dendrytycznej zglądu monokrystalicznego nadstopu Ni-Cr-C (a) oraz odpowiadający powierzchni tego zglądu topogram uzyskany w geometrii na odbicie (b). Refleks 113, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$ [63].

Szczególnie warte uwagi badania odlewów monokrystalicznych łopatek nadstopów niklu za pomocą topografii rentgenowskiej przeprowadzono w pracach [72-75]. Wykorzystano metodę Auleytnera z zastosowaniem mikroogniskowego źródła promieniowania i szerokiej rozbieżnej wiązki rentgenowskiej [80]. Topogramy otrzymane tą metodą, jako jedyne z zastosowaniem konwencjonalnych źródeł rentgenowskich, wykazują wysoką rozdzielczość kątową oraz możliwość zobrazowania dużych obszarów odlewu. Wyniki analizy przekrojów poprzecznych łopatek silników lotniczych wykazały zależność jakości odlewów od prędkości wyciągania formy

(metodą Bridgmana) oraz od lokalizacji poszczególnych obszarów odlewu (Rys. 22). Dodatkowo, stwierdzono występowanie w odlewach makroskopowych granic niskiego kąta [73-75]. W badaniach korzystano jedynie z topogramów uzyskanych z wykorzystaniem refleksu 002 z powierzchni zglądów poprzecznych. Nie pozwalało to na jednoznaczną interpretację występujących zmian strukturalnych i na określenie mechanizmów powstawania defektów. Topogramy z podłużnych przekrojów (równoległych do osi łopatek lub kierunku ich krystalizacji) są trudniejsze do otrzymania, ale mogą ujawnić szczegóły mechanizmów krystalizacji różnych fragmentów łopatki (zamek/pióro).



Rys. 22 Topogramy rentgenowskie przekrojów poprzecznych pióra oraz zamka łopatek otrzymanych z różnymi prędkościami: (a,f) 1 mm/min, (b,g) 2 mm/min, (c,h) 3 mm/min, (d,i) 4 mm/min; (e,j) 5 mm/min. Refleksy 002 CuK_α [72].

Współczesne metody wysokorozdzielczej topografii rentgenowskiej odlewów monokrystalicznych nadstopów niklu pozwalają określić charakter rozkładu orientacji krystalograficznej tych odlewów. Metody te wykazały swoją przydatność oraz wystarczająco wysoką zdolność rozdzielczą, przez co mogą być rozpatrywane jako perspektywiczne w zastosowaniach kontroli jakości odlewów monokrystalicznych. Jednak z uwagi na wykorzystaną skomplikowaną aparaturę (źródła synchrotronowe), jak i trudności w interpretacji topogramów złożonej struktury dendrytycznej, metody te nie zyskały popularności zarówno wśród badaczy, jak i w warunkach przemysłowych. Wyniki uzyskiwane metodą Auleytnera, z uwagi na zastosowaną stosunkowo prostą aparaturę oraz wysoką rozdzielczość kątową, wydają się być możliwe do zastosowania w warunkach przemysłowych. Metoda ta, jako jedna z nielicznych, przy użyciu konwencjonalnego źródła promieniowania rentgenowskiego daje wysokiej jakości topogramy z dużych powierzchni odlewów.

Stosowanie w przyszłości tej metody będzie wymagać jednoznacznej charakteryzacji defektów uwidocznionych na topogramach oraz rozwiązania szeregu problemów natury metodologicznej. Na obecnym etapie badań nie stwierdzono jednoznacznie, czy kontrast widoczny na topogramach pochodzi wyłącznie od rdzeni dendrytów. Stwierdzono występowanie lokalnych makroskopowych granic niskiego kąta, jednak nie wyjaśniono przyczyn i mechanizmów ich tworzenia oraz ich przebiegu w odlewie. W celu jednoznacznej interpretacji topogramów, złożonych geometrycznie odlewów z nadstopów niklu, niezbędne jest przeprowadzenie szeregu badań uzupełniających z wykorzystaniem dodatkowych metod charakteryzacji struktury. Niezbędne jest zbadanie nie tylko przekrojów poprzecznych łopatek, ale i wzdłużnych o bardziej złożonym kształcie, prezentujących większe pole powierzchni odlewu. Badania takie należy przeprowadzić z wykorzystaniem różnych refleksów dyfrakcyjnych, gdyż w nadstopach mamy do czynienia z dwoma fazami γ i γ' o zbliżonej orientacji krystalograficznej. Należy przy tym uwzględnić wpływ „symetryczności” lub „asymetryczności” badanych płaszczyzn (str. 31) na wizualizację na topogramach różnego rodzaju defektów oraz orientację tych płaszczyzn względem kierunku krystalizacji. Jest to niezbędne do oceny defektów wzrostowych odlewu powstających w wyniku ruchu frontu krystalizacji.

2.5 Podsumowanie studium literatury

Rozwój zarówno metalurgii nadstopów niklu, jak i elementów z nich wykonywanych był od początku ich istnienia bezpośrednio związany z przemysłem lotniczym oraz energetycznym. Z analizy literatury wynika, że był to proces kompleksowy związany zarówno z potrzebami konstruktorów silników lotniczych, czynnikami ekonomicznymi, jak i z dostępnością surowców oraz sytuacją polityczną. Obecnie, z uwagi na dynamiczny rozwój lotnictwa oraz wysokie wymagania stawiane nowoczesnym silnikom, nadstopy niklu są jednymi z najbardziej złożonych materiałów konstrukcyjnych, a procesy produkcji elementów z nich wykonanych należą do wysoko zaawansowanych technologii. Zapoczątkowany w połowie XX wieku proces doskonalenia konstrukcji turbin lotniczych trwa nieprzerwanie do dnia dzisiejszego. Jednak z uwagi na skrajnie wysokie wymagania stawiane obecnie materiałom wykorzystywanym na najbardziej wyęzione elementy turbiny, coraz trudniejsze jest osiągnięcie lepszych właściwości.

Wprowadzone do procesów produkcji już pod koniec ubiegłego wieku monokrystaliczne łopatki turbiny były ostatnim przełomowym osiągnięciem w technologii materiałów bazowych łopatek. Pomimo upływu lat, z uwagi na objęcie tajemnicą procesów produkcji tej grupy materiałów, wiele zagadnień związanych z krystalizacją oraz strukturą defektów jest wciąż przedmiotem badań. Wykorzystanie nowoczesnych metod dyfrakcji elektronowej oraz rentgenowskiej pozwoliło lepiej zrozumieć charakter mikrostruktury i procesu jej kształtowania. Wykazano przy tym znaczny wpływ orientacji sieci krystalicznej nie tylko pierwotnej, ale i wtórnej oraz jej jednorodności na wytrzymałość odlewów. Charakterystyka tych parametrów jest często pomijana w ocenie jakości na liniach produkcyjnych. Pomimo zastosowanie szerokiej gamy metod badawczych w dalszym ciągu poszukuje się metod badań doskonałości strukturalnej, z możliwością aplikacji w przemyśle. Jedną z obiecujących metod jest topografia rentgenowska w geometrii Auleytnera z szeroką rozbieżną wiązką. Jej zastosowanie wymaga jednak szeregu badań uzupełniających pozwalających na jednoznaczną interpretację wyników.

3 Teza

Biorąc pod uwagę coraz to wyższe wymagania stawiane przez konstruktorów monokrystalicznym elementom turbin gorących sekcji silnika turboodrutowego oraz wzrost stopnia złożoności geometrii łopatek wysokiego ciśnienia, kontrola ich jakości wymaga wysokorozdzielczych, czułych metod badawczych. Jakość monokrystalicznych elementów w porównaniu do polikrystalicznych musi być określona znacznie bardziej kompleksowo. Wiąże się to z faktem pojawiania się dodatkowych czynników, takich jak wpływ orientacji krystalograficznej i niejednorodności jej rozkładu oraz granic niskiego kąta. Na podstawie przeprowadzonej analizy literaturowej stwierdzono, że do tej pory nie opracowano jednolitej procedury badawczej oraz metody interpretacji jej wyników pozwalającej na kompleksową ocenę doskonałości strukturalnej monokrystalicznych łopatek. Szczególnie ważnym jest określenie orientacji krystalograficznej i ocena defektów w skali makroskopowej, jak i mikroskopowej, takich jak granice nisko-kątowe. Ewentualne procedury badawcze powinny być oparte o wiedzę dotyczącą mechanizmów powstawania defektów, co pozwoli na ustalenie dróg ich eliminacji.

Stosowane obecnie metody topografii rentgenowskiej wykorzystywane w badaniach stricte monokryształów nie są dostosowane do oceny doskonałości strukturalnej dendrytycznych, dwu-fazowych odlewów monokrystalicznych nadstopów. Metody przygotowania próbek oraz interpretacji topogramów rentgenowskich stosowane do tej pory często nie pozwalają na jednoznaczną ocenę typu defektów monokrystalicznych nadstopów, a co za tym idzie przyczyn ich powstawania. **Jednak z uwagi na występowanie cech wspólnych monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu oraz stricte monokryształów, istnieje możliwość dostosowania dotychczasowych metod badawczych, w szczególności metod otrzymywania dyfrakcyjnych topogramów rentgenowskich, oraz interpretacji wyników badań dla monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu.**

Interpretacja topogramów rentgenowskich powinna być ułatwiona przy wykorzystaniu dodatkowych metod dyfrakcyjnych zarówno rentgenowskich, jak

i elektronowych. Pozwoli to na bardziej precyzyjną charakterystykę defektów odlewów monokrystalicznych oraz ustalenie przyczyn ich powstawania. W oparciu o analizę literatury dotyczącej defektów dendrytycznych odlewów monokrystalicznych nadstopu niklu CMSX-4 uzyskanych przemysłową techniką Bridgmana, założono, że **kształt poszczególnych fragmentów łopatek silników lotniczych oraz ich orientacja krystalograficzna wpływają na mechanizmy kształtowania defektów i na specyfikę ich przestrzennego rozkładu.**

4 Cele i zakres pracy

Jednym z podstawowych zadań pracy była analiza mechanizmów kształtowania się defektów struktury dendrytycznej w procesie krystalizacji kierunkowej łopatek turbin o złożonym kształcie. W tym celu niezbędnym było kompleksowe scharakteryzowanie niejednorodności struktury dendrytycznej, granic niskiego kąta oraz rozkładu orientacji krystalograficznej, jak i makroskopowych odkształceń w poszczególnych fragmentach monokrystalicznych łopatek silnika turboodrutowego. Charakterystyka taka pozwalała na określenie mechanizmów kształtowania się defektów, takich jak granice niskiego kąta. Ujawnienie przyczyn powstawania defektów, różnego typu, i związku pomiędzy nimi, wymaga zastosowania zespołu różnych metod badawczych. Do realizacji postawionego celu niezbędne było również podwyższenie poziomu dokładności i kompleksowości charakteryzacji defektów monokrystalicznych łopatek. W związku z tym, dodatkowym celem było dostosowanie, znanych z badań stricte monokryształów, metod topografii rentgenowskiej do badań monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu o strukturze dendrytycznej.

W celu ustalenia związku pomiędzy strukturą dendrytyczną i mikrostrukturą faz γ i γ' z lokalnymi zmianami orientacji krystalograficznej i na tej podstawie określenie możliwych mechanizmów powstawania defektów w procesie krystalizacji niezbędne było:

- a) wybranie odpowiednich obszarów łopatek turbiny w celu przygotowania zglądów metalograficznych do badań,
- b) przystosowanie szeregu metod badawczych, takich jak dyfrakcyjna topografia rentgenowska oraz mapowanie orientacji metodą Ω -scan do badań defektów strukturalnych nadstopów niklu,
- c) opracowanie metod obróbki graficznej wyników otrzymanych powyższymi metodami w celu wizualizacji i identyfikacji defektów,
- d) charakterystyka granic nisko-kątowych metodami mikroskopii elektronowej uzupełniająca makroskopowe badania orientacji metodami dyfrakcji rentgenowskiej.

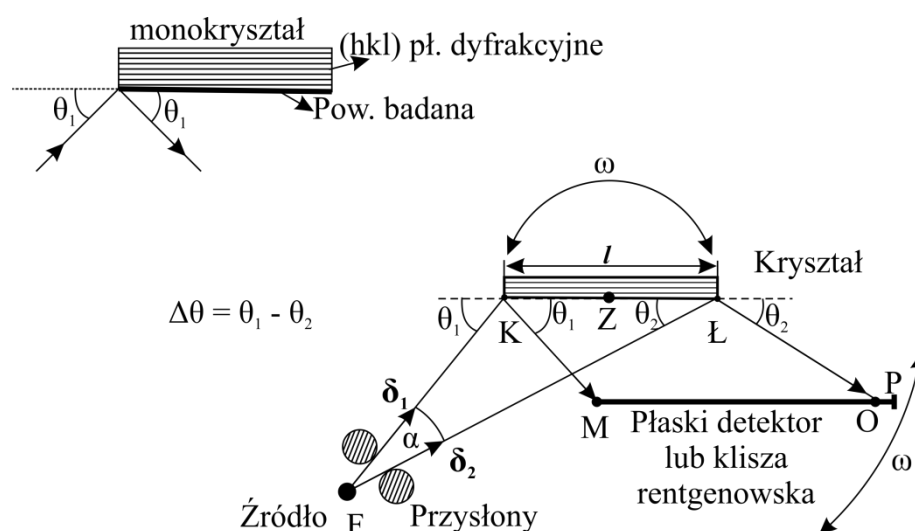
5 Metodyka i materiał do badań

Jako główną metodę badawczą w pracy wykorzystano dyfrakcyjną odbiciową topografię rentgenowską z zastosowaniem mikro-ogniskowego źródła promieniowania i rozbieżnej wiązki rentgenowskiej. Metoda ta jest modyfikacją metody Auleytnera [76-79] przystosowaną do badań stosunkowo dużych monokryształów. Dla uproszczenia w dalszej części pracy będzie określana jako metoda Auleytnera z szeroką wiązką. Pozwala ona na szczegółowe obrazowanie defektów struktury dendrytycznej złączy monokrystalicznych łopatek turbin silników lotniczych o powierzchni do około 5 cm². Optymalną wizualizację realnej struktury łopatek pozwalającą na powiązanie ich defektów z procesem krystalizacji było możliwe przy wykorzystaniu kilku refleksów dyfrakcyjnych. Posłużono się także dodatkowymi metodami, takimi jak metoda Laue oraz skaningowa, transmisyjna oraz skaningowo-transmisyjna mikroskopia elektronowa. Ponadto, przedstawiono niezbędną procedurę obróbki wyników prowadzącą do poprawnego obrazowania defektów. Zastosowano także nowatorską dyfraktometryczną technikę mapowania orientacji krystalograficznej i rozkładu parametru sieci metodą Ω -scan, po raz pierwszy wykorzystaną w nadstopach niklu w autorskim dyfraktometrze firmy EFG.

5.1 Metody badawcze

5.1.1 Dyfrakcyjna topografia rentgenowska

Podstawową metodą zastosowaną do charakterystyki realnej struktury była odbiciowa topografia rentgenowska w geometrii Auleytnera z szeroką wiązką (Rys. 23).



Rys. 23 Geometria tworzenia obrazu w metodzie Auleytnera z szeroką wiązką w przypadku symetrycznego refleksu.

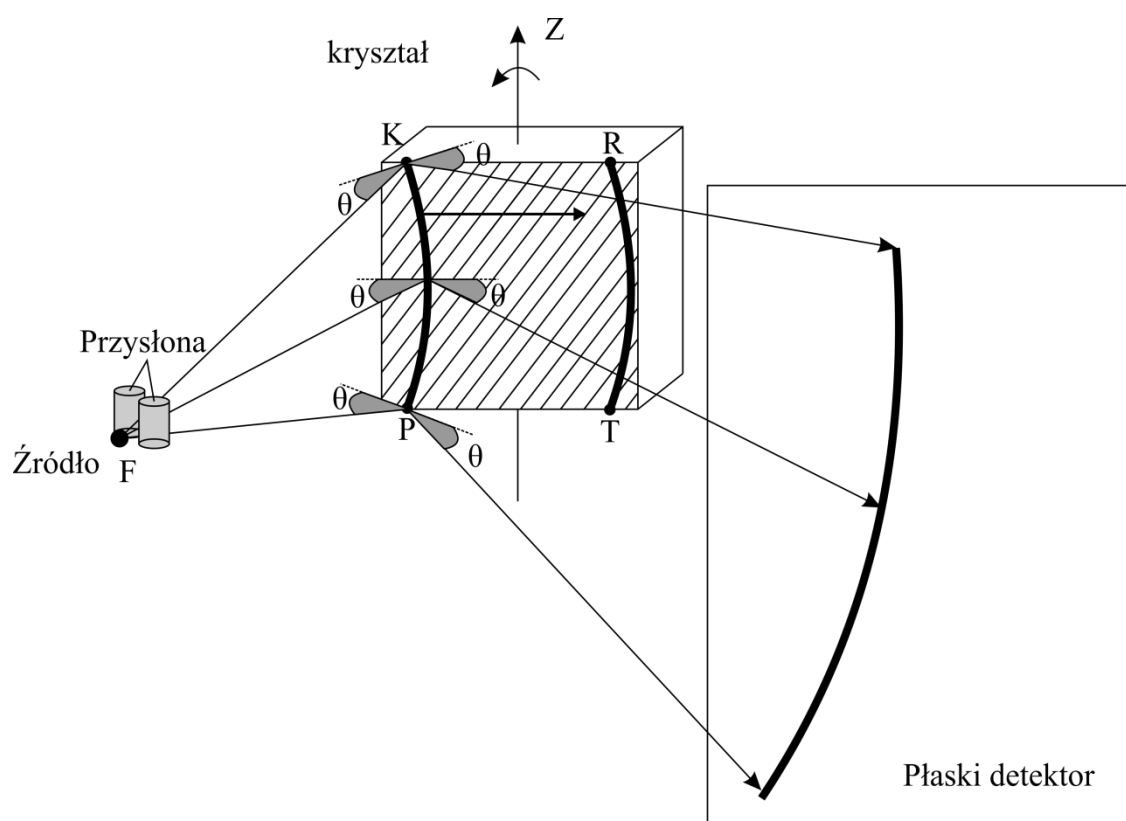
W stosowanej metodzie Auleytnera z szeroką wiązką, rozbieżna o kąt α wiązka pierwotna promieni rentgenowskich wychodząca z quasi-punktowego ($20 \times 20 \mu\text{m}$) ogniska lampy F, jest skierowana na powierzchnię kryształu. Na płaszczyznach (hkl) kryształu, równoległych do jego powierzchni KŁ następuje dyfrakcja. Przysłony, w postaci walców równoległych do osi Z (prostopadłej do osi rysunku) mają na celu minimalizację szerokości wiązki do rozmiarów kryształu zmniejszając tym samym tło na topogramie.

Niech kąt θ_1 spełnia warunek Bragga, wtedy, aby warunek ten był spełniony w punkcie Ł niezbędny jest taki obrót kryształu, przy którym kąt padania

w punkcie L będzie też równy θ_1 . W czasie takiego obrotu warunek Bragga będzie spełniony kolejno w punktach badanej powierzchni od K do L .

Kąt pomiędzy wektorami δ_1 i δ_2 jest zależny od kąta padania wiązki rentgenowskiej na badaną powierzchnię i od jej szerokości. Dla małych kątów padania różnica $\Delta\theta = \theta_1 - \theta_2$ jest niewielka, przy dużych znacząco wzrasta. Dla realnego kryształu na powierzchni KL występują obszary o różnym odchyleniu płaszczyzn dyfrakcyjnych (hkl) od powierzchni próbki, czyli bloki mozaiki o kąty rzędu minut kątowych, a nawet kilku stopni. W celu spełnienia warunku Bragga dla takich obszarów o dużych dezorientacjach, próbka musi oscylować wokół kąta ω . W badaniach zastosowano oscylację kątową $\omega = \pm 4^\circ$. Zazwyczaj w metodzie Auleytnera oscylacja próbki jest połączona z taką samą oscylacją detektora lub kliszy (warunek dyfrakcji oznaczony może być jako ω/ω). Takie połączenie powoduje istotne wzajemne przesunięcie obrazów bloków na topogramie, co prowadzi do dużej kątowej zdolności rozdzielczej określania dezorientacji bloków, umożliwiając obserwację nawet niewielkich dezorientacji - rzędu minut kątowych.

Wykorzystanie rozbieżnego źródła promieniowania z jednej strony pozwala na uzyskanie topogramów z dużych powierzchni próbki, lecz z drugiej strony powoduje zniekształcenie otrzymanego obrazu na płaskim detektorze lub kliszy. Odształcenie to zależy od ustawienia detektora, orientacji płaszczyzn sieciowych względem badanej powierzchni kryształu i wiązki pierwotnej oraz od kąta Bragga tych płaszczyzn. Ze względu na stosowanie promieniowania charakterystycznego ($Cu_{K\alpha}$, $\lambda = 1,54051 \text{ \AA}$) przy nieruchomej próbce, dla rozbieżnej wiązki pierwotnej, ograniczonej przysłoną do wąskiego paska, warunek Bragga spełnia się jedynie dla krzywej KP na badanej powierzchni kryształu (Rys. 24). Oscylacja próbki względem osi Z leżącej na badanej powierzchni powoduje, że krzywa KP dla której spełnia się warunek Bragga przemieszcza się do położenia RT skanując całą powierzchnię. W wyniku tego tworzy się refleks na detektorze od całej powierzchni próbki. Występujące w obszarze badanej powierzchni bloki mozaiki o wzajemnej dezorientacji dają refleks na detektorze po obrocie próbki i detektora o pewien kąt, więc obrazy sąsiednich bloków będą na topogramie przesunięte.



Rys. 24 Geometria rozbieżnej wiązki pierwotnej i dyfrakcyjnej. Wszystkie kąty θ spełniają warunek Bragga.

W przypadku gdy kryształ będzie posiadał dwa bloki, I i II, o pewnym stopniu wzajemnej dezorientacji kątowej, ich obrazy na topogramie zarejestrowane na płaskim detektorze (kliszy) będą względem siebie przesunięte (Rys. 25). Ich wzajemne przesunięcie może być opisane poprzez dwie składowe: S_{\parallel} - przesunięcie równoległe do osi oscylacji Z, S_{\perp} - przesunięcie prostopadłe do osi oscylacji Z, czyli wzdłuż osi X. Przesunięciom S_{\parallel} i S_{\perp} odpowiadają składowe α_x oraz α_z wzajemnego obrotu bloków względem osi X i osi Z, które można określić ze wzorów [80]:

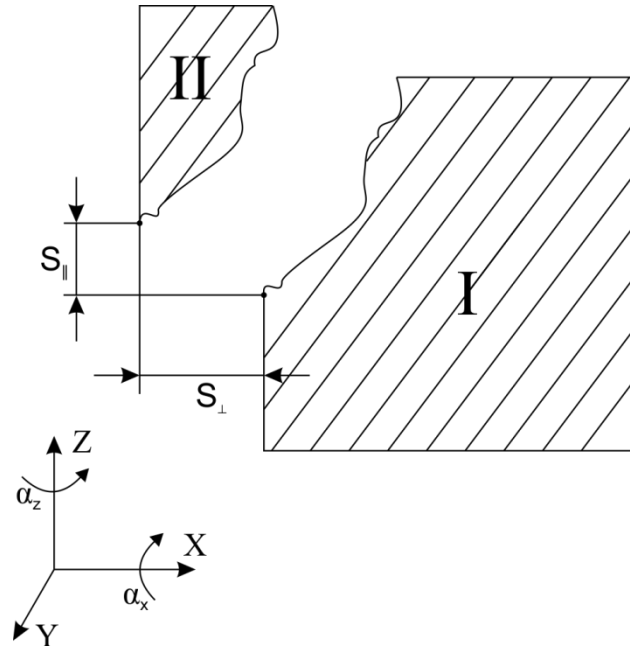
$$\sin \alpha_x = \frac{1}{2 \sin(\theta_{hkl})} \frac{S_{\parallel}}{\sqrt{S_{\parallel}^2 + b^2}} \quad ; \quad \sin \frac{\alpha_z}{2} = \frac{S_{\perp}}{2b} \sin(\theta_{hkl}) \quad (6)$$

gdzie, θ_{hkl} – kąt Bragga płaszczyzn dyfrakcyjnych; b – odległość płaszczyzny detektora od powierzchni próbki.

Wzory te mogą być stosowane w przypadku refleksów symetrycznych. W przypadku refleksów asymetrycznych stosuje się następujące wzory [81]:

$$\sin \alpha_x = \frac{1}{2 \sin(\theta_{hkl})} \frac{S_{\parallel}}{\sqrt{S_{\parallel}^2 + b^2}} \quad ; \quad \sin \frac{\alpha_z}{2} = \frac{S_{\perp}}{2b} \sin(\alpha + \theta_{hkl}) \quad (7)$$

gdzie, θ_{hkl} – kąt Bragga płaszczyzn dyfrakcyjnych; b – odległość detektora od powierzchni próbki, α – kąt pomiędzy powierzchnią kryształu, a płaszczyznami dyfrakcyjnymi.



Rys. 25 Schemat obrazów dwóch bloków na topogramie. Klisza i próbka oscylują względem osi Z.

Składowe S_{\parallel} oraz S_{\perp} można określić z jednego otrzymanego topogramu. Jednak w celu wyznaczenia kompletnej dezorientacji bloku wymagana jest trzecia składowa obrotu, względem osi prostopadłej do płaszczyzny zglądu. W tym celu należałoby wykonać dodatkowo zgląd z powierzchni prostopadłej do badanej. Całkowity kąt dezorientacji można określić ze wzoru:

$$\alpha = \sqrt{\alpha_x^2 + \alpha_y^2 + \alpha_z^2} \quad (8)$$

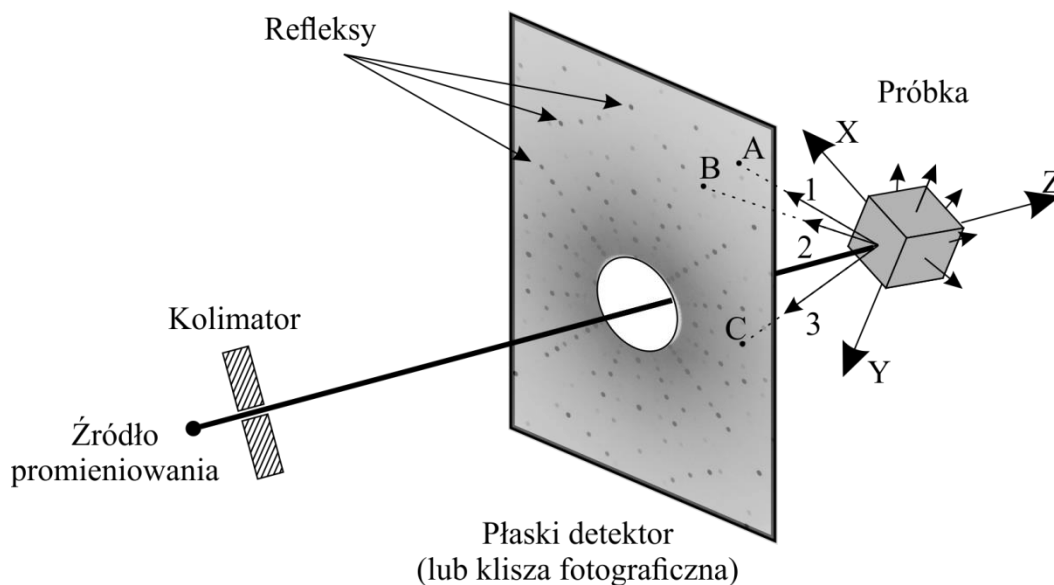
Metoda topografii rentgenowskiej w metodzie Auleytnera z rozbieżną wiązką pozwala w prosty sposób uwidocznić strukturę mozaikową stosunkowo dużych kryształów (rozbieżność pozwala pokryć wiązką pierwotną dużą powierzchnię próbki) o kątach dezorientacji od kilku minut kątowych do kilku stopni. W przypadku innych dyfrakcyjnych metod topografii rentgenowskich, np. Berga-Barretta, jest to niemożliwe bądź wymaga czasochłonnych pomiarów. Metoda Auleytnera z zastosowaniem punkowego źródła promieniowania jest szczególnie przydatna w badaniach monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu o strukturze dendrytycznej, ponieważ badane powierzchnie są dużych rozmiarów oraz zawierają bloki zarówno o małej dezorientacji (minuty kątowe), jaki i dużej, rzędu kilku stopni.

5.1.2 Metoda Laue

Metoda Laue jest szeroko stosowana i przeznaczona do wyznaczania orientacji krystalograficznej monokryształów. Z uwagi na prostotę oraz szybkość badania jest z powodzeniem wykorzystywana w przemyśle do określania orientacji monokrystalicznych odlewów łopatek turbin. Obecnie, aby ograniczyć koszty kontroli jakości stosuje się zautomatyzowane aparaty wykorzystujące metodę Laue do szybkiego wyznaczania orientacji odlewu. Zgodnie z badaniami anizotropii właściwości wytrzymałościowych łopatek turbin w zależności od orientacji kierunku [001] względem głównej osi łopatki, równoległej do siły odśrodkowej, odchylenie tego kierunku nie może przekroczyć 15° , w przeciwnym razie odlew nie będzie dopuszczony do eksploatacji.

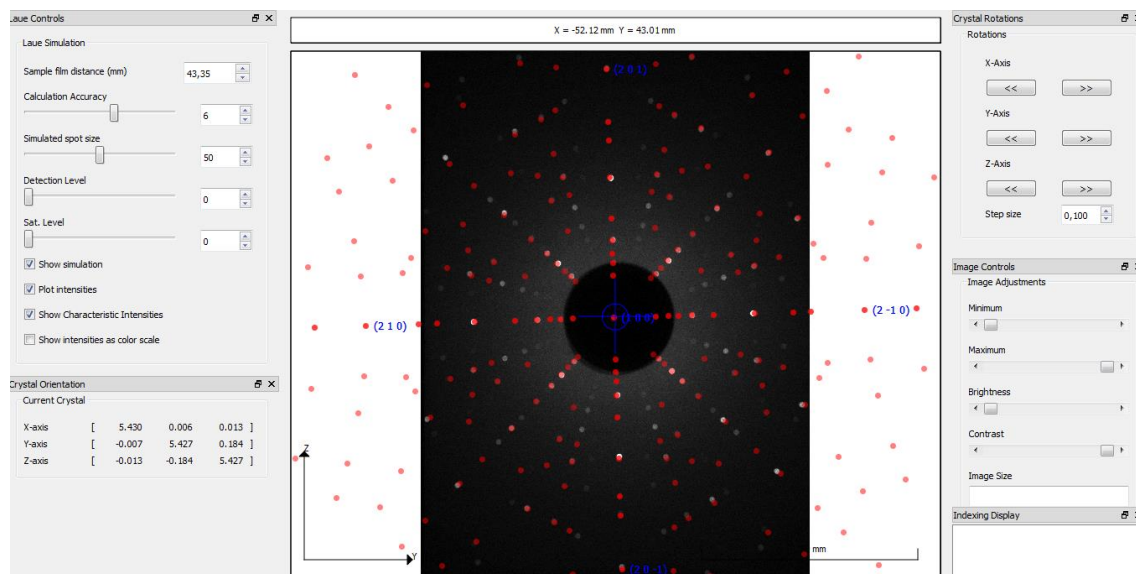
W metodzie Laue, w technice promieni zwrotnych, polichromatyczna, równoległa wiązka promieniowania rentgenowskiego przechodzi przez kolimator i przez otwór w detektorze. Średnica wiązki wynosi zazwyczaj ok. 1 mm. Wiązki dyfrakcyjne (np. 1, 2, 3 Rys. 26) biegnące w kierunku detektora (kliszy) tworzą na nim refleksy pochodzące od różnych płaszczyzn krystalograficznych. Obszar na powierzchni próbki z którego otrzymuje się dyfrakcje jest rzędu średnicy wiązki padającej ($\varnothing = 1$ mm). Metoda ta jest zaliczana do metod makroskopowych. W przypadku, gdy jedna z osi symetrii monokryształu jest równoległa do wiązki

pierwotnej na detektorze refleksy rentgenowskie będą tworzyć układ o symetrii odpowiadającej symetrii badanego monokryształu, w danej orientacji. W przypadku monokryształu o strukturze regularnej ustawionego tak, że jedna z osi typu $\{001\}$ jest równoległa do wiązki pierwotnej otrzymuje się rozkład refleksów o 4-krotnej symetrii.



Rys. 26 Schemat przedstawiający metodę Laue w technice promieni zwrótnych.

Z otrzymanego lauegramu można określić indeksy hkl refleksów, znając odległość próbki od detektora oraz komórkę elementarną i przybliżony parametr sieci. Indeksowanie Lauegramu można wykonać ręcznie z użyciem np. siatki Greninger lub posłużyć się licznymi programami pozwalającymi przyporządkować refleksy konkretnym płaszczyzną sieciowym. Przykład lauegramu nadstopu niklu CMSX-4 zindeksowanego w programie Qlaue przedstawiono na rysunku 27.



Rys. 27 Lauegram nadstopu niklu CMSX-4 zindeksowany z użyciem programu Qlaue. Orientacja monokryształu – typu {001}.

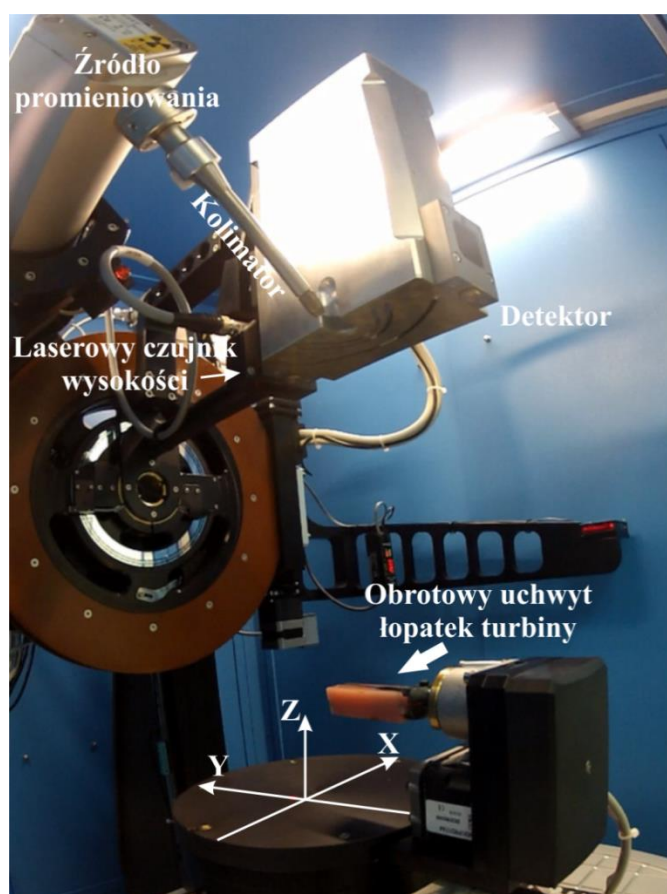
Metoda ta, stosowana w przemyśle dla łopatek turbin, ma niestety liczne ograniczenia. Łopatki są badane jedynie w kilku punktach powierzchni i często wspomagane trawieniem całego odlewu w celu uwidocznienia rozkładu struktury dendrytycznej. Automatyczne indeksowanie w przypadku rozszczepienia lub rozmycia plamek dyfrakcyjnych jest niemożliwe i wymaga ciągłego udziału operatora. Nadstopy niklu typu CMSX-4 składają się głównie z dwóch faz: γ i γ' , przy czym objętościowy udział fazy γ' wynosi 70%. Z tego powodu w dalszych rozważaniach założono, że wiązki dyfrakcyjne zarówno w metodzie Laue, jak i topografii rentgenowskiej pochodzą od fazy γ' .

5.1.3 Mapowanie orientacji krystalograficznej z wykorzystaniem metody Ω -scan

Elementy monokrystalicznych łopatek silników z nadstopu niklu CMSX-4 badano również przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego firmy EFG umożliwiającego otrzymanie map rozkładu orientacji krystalograficznej oraz mapy

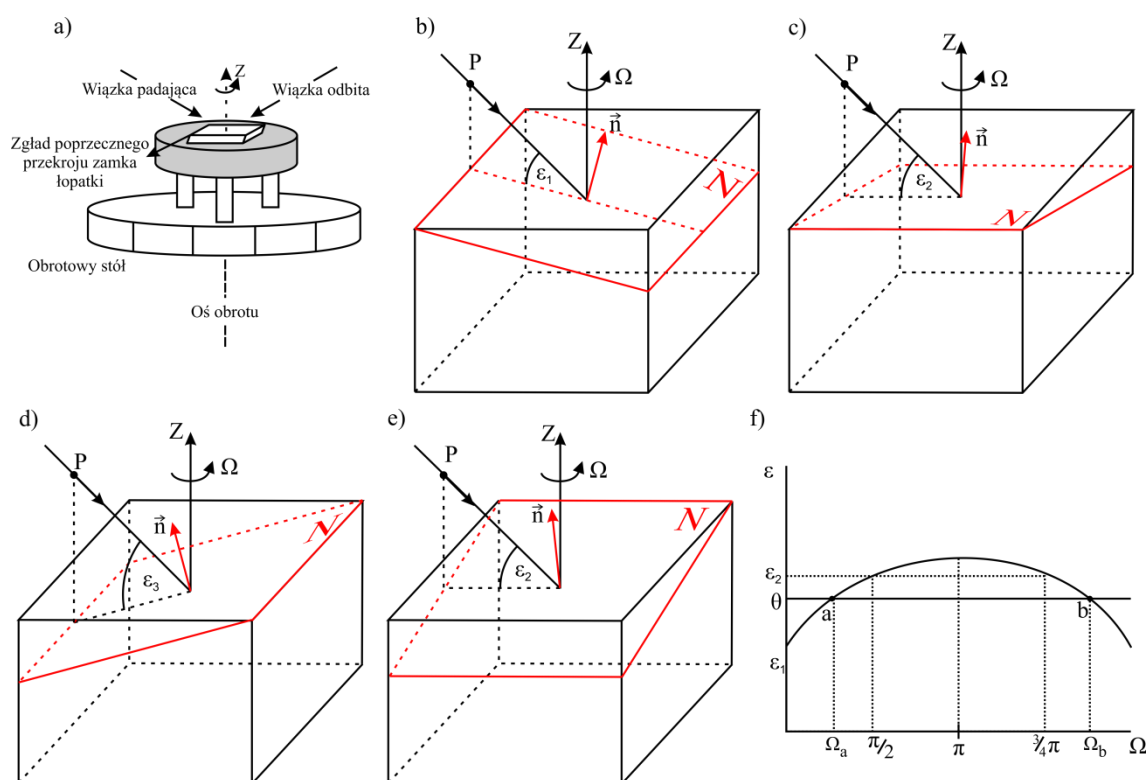
rozkładu parametru sieci fazy γ' . Mapy rozkładu orientacji są przedstawione w postaci map składowych kątowych odchylenia kierunku typu $[001]_{\gamma'}$ od osi łopatki mierzone dla poszczególnych punktów badanej powierzchni. Badana powierzchnia może być płaską (powierzchnie zglądów metalograficznych) lub o dowolnej geometrii, co pozwala na mapowanie powierzchni łopatek turbin bez ich cięcia, czyli nieniszcząco.

Dyfraktometr wykorzystuje opracowaną przez firmę EFG technikę wyznaczania orientacji nazwaną Ω -scan [82-86]. Technika ta, opracowana kilkanaście lat temu była używana do szybkiego wyznaczania orientacji krystalograficznej monokryształów krzemu w przemyśle elektronicznym. W 2009 roku na bazie tej metody we współpracy pomiędzy Uniwersytetem Śląskim, Politechniką Rzeszowską oraz firmą EFG po raz pierwszy stworzono prototypowy dyfraktometr wykorzystujący metodę Ω -scan do badania odlewów nadstopu niklu (Rys. 28).



Rys. 28 Widok komory autorskiego dyfraktometru EFG do mapowania orientacji krystalograficznej monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu. Osie X, Y, Z – referencyjne osie dyfraktometru.

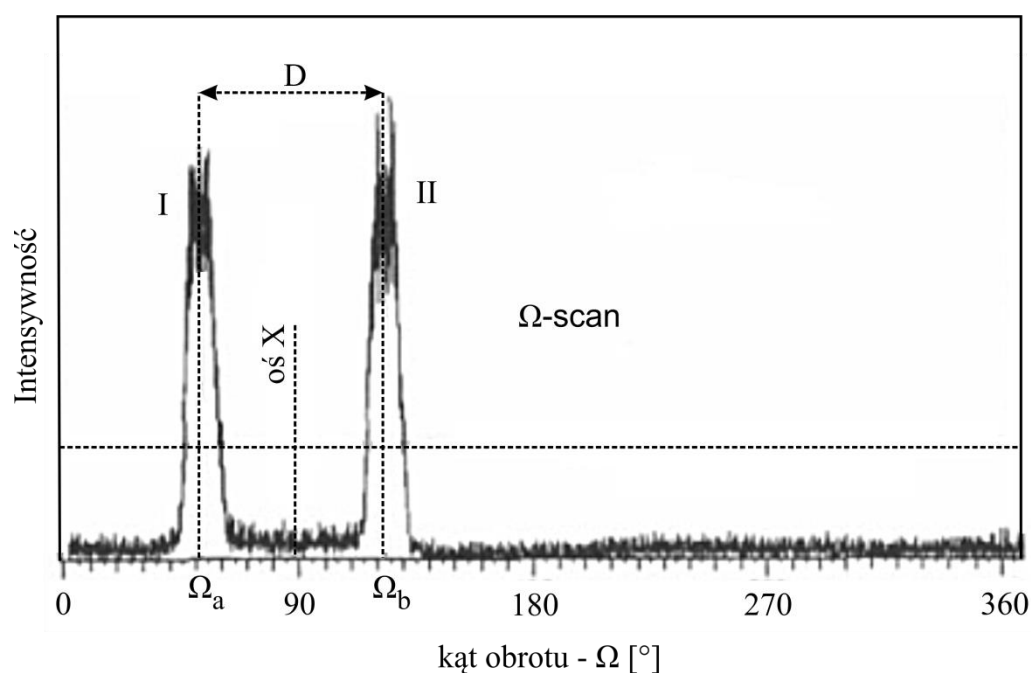
W metodzie tej badana próbka jest umieszczona na obrotowym stole (Rys. 29a). Skolimowana wiązka rentgenowska, o średnicy ok. 1 mm (P – rys. 29b), pada na powierzchnię kryształu pod stałym kątem, w ogólnym przypadku, warunek Bragga nie jest spełniony dla badanych płaszczyzn sieciowych. Niech ε jest kątem nachylenia używanych do dyfrakcji płaszczyzn krystalograficznych N względem badanej powierzchni zglądu.



Rys. 29 (a) Schemat ułożenia próbki w metodzie Ω -scan dla poprzecznego przekroju zamka łopatkki, (b-e) ułożenie powierzchni zglądu względem wiązki podczas obrotu próbki, (f) wykres spełnienia warunku Bragga w zależności od nachylenia płaszczyzny podczas obrotu.

Poprzez rotację kryształu o 360° w osi Z, wraz z obrotowym stolikiem, kąt ε nachylenia płaszczyzn względem wiązki padającej zmienia się i nachylone płaszczyzny (hkl) dwukrotnie spełnią warunek Bragga (Rys. 29f). Układ rejestrujący dyfraktometru mierzy pozycje obydwu refleksów Ω_a i Ω_b , a orientacja badanej płaszczyzny względem powierzchni zglądu może być wyliczona z odległości kątowej

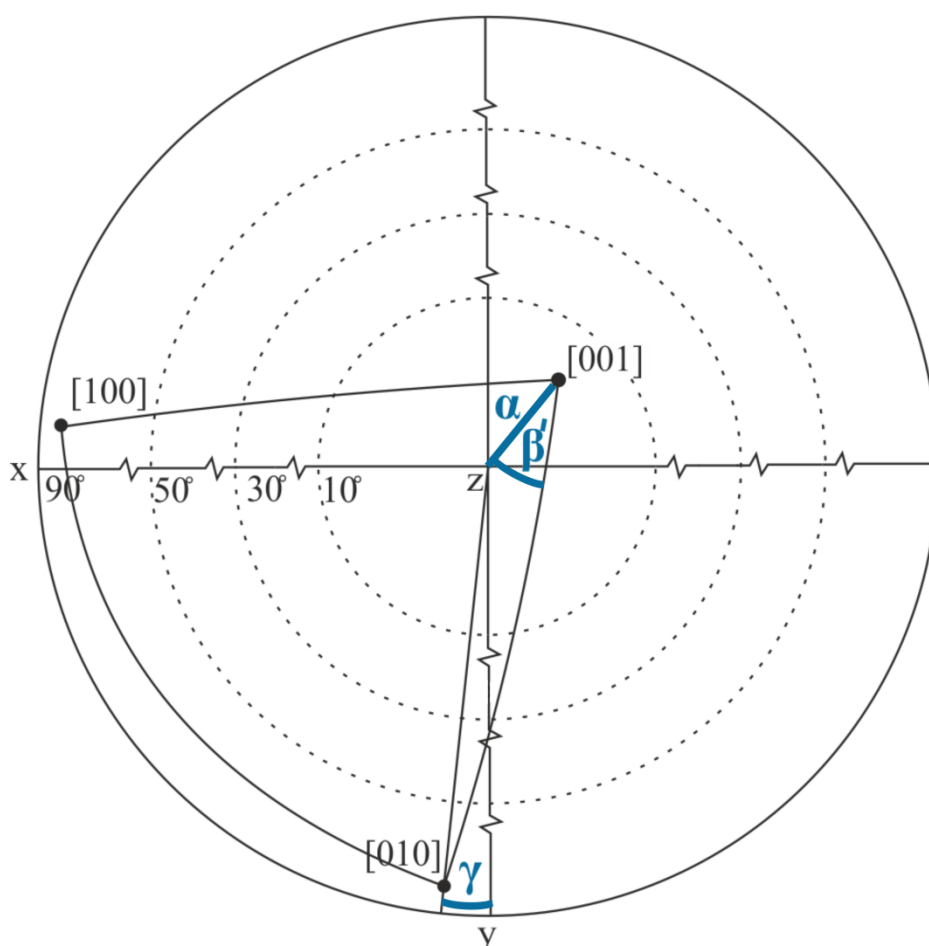
„D” pomiędzy refleksami (Rys. 30). W przypadku gdy, w wyniku obrotu, warunek Bragga będzie spełniony, obydwa refleksy zejdą się w jeden. Kąt nachylenia płaszczyzny α może być wyliczony z odległości kątowej refleksów, a kierunek jej nachylenia z wyznaczonego kąta Ω (β' – druga współrzędna biegunowa). Kąt Ω powstaje po połączeniu dwóch refleksów Ω_a i Ω_b w jeden. W przypadku pomiaru większej ilości płaszczyzn odpowiednio więcej par refleksów będzie mierzonych podczas jednego obrotu stołu o 360° .



Rys. 30 Wynik pomiaru w metodzie Ω -scan dla jednej badanej płaszczyzny.

Początkowy kąt padania wiązki jest dobrany tak, aby mierzalny zakres zmian nachylenia płaszczyzn podczas obrotu był jak największy. Dodatkowo odpowiednio dobrane szczeliny na detektorze pozwalają badać wyłącznie wybrane płaszczyzny o zadanych hkl. Do pomiarów orientacji nadstopów niklu z uwagi na ograniczoną ilość dostępnych refleksów wykorzystano refleksy 400 ($\theta = 59,4^\circ$), 331 ($\theta = 69,7^\circ$) oraz 420 ($\theta = 74,2^\circ$). Jednoczesna rejestracja refleksów od kilku płaszczyzn podczas jednego obrotu próbki oraz zastosowanie komercyjnego oprogramowania pozwala automatycznie sporządzić rzut stereograficzny i określić orientację krystalograficzną

próbki względem jej osi referencyjnych X, Y, Z. Zaznaczone na rzucie stereograficznym położenie głównych kierunków krystalograficznych [100], [010], [001] oraz osi referencyjnych X, Y, Z, pozwala określić odpowiednio wzajemną orientację dla różnych obszarów próbki. Sporządzony rzut stereograficzny (Rys. 31) zwykle jest obracany tak, aby oś wyciągania łopatki Z była zawsze w środku rzutu. Orientacja krystalograficzna odlewu względem osi referencyjnych przedstawiana jest w postaci trzech kątów: α – jako odchylenie kierunku [001] od osi odlewu, β' – jako składowa obrotu względem osi Z pomiędzy płaszczyzną Z-[001] a płaszczyzną [001]-[010] oraz γ – odchylenie linii rzutu kierunku prostopadłego np. [010] od drugiej osi referencyjnej Y.



Rys. 31 Opis składowych orientacji – kąty: α , β' , γ na bezpośredniej projekcji stereograficznej.

Należy podkreślić, że kąt α jest związany z pierwotną orientacją, kąt γ definiuje orientację wtórną. Natomiast kąt β' jest zależny zarówno od pierwotnej, jak i wtórnej orientacji odlewu. Ponadto, wraz z pomiarem orientacji możliwe jest wyznaczenie parametru sieci fazy γ' . W metodzie tej dokładność pomiaru składowych orientacji α oraz γ wynosi $0,05^\circ$, $\beta' - 0,4^\circ$, a parametru sieci $0,001 \text{ \AA}$. Pomiary kątów α , β' , γ oraz parametru sieci $a_0^{\gamma'}$ można wykonać nie tylko z wykorzystaniem płaskich zglądów, ale i z całej powierzchni łopatki posiadającej krzywoliniową powierzchnię (np. pióro łopatki) [87].

W tym przypadku cały proces mapowania orientacji składa się z kilku kroków:

1. Promień lasera skanuje powierzchnię próbki tworząc mapę wysokości dla każdego punktu badanej powierzchni.
2. Oprogramowanie przelicza różnice w wysokości poszczególnych punktów odpowiednio dobierając wysokość źródła oraz detektora dla każdego punktu.
3. Na stworzoną mapę powierzchni nanoszona jest siatka punktów pomiarowych o wybranej gęstości.
4. Pomiar odbywa się poprzez ustawienie punktu pomiarowego względem obliczonych parametrów wysokości oraz wykonanie pełnego obrotu stołu (360° , czas 5 s) w celu wyznaczenia orientacji oraz parametru sieci.
5. Na mapę powierzchni nanoszone są wyniki pomiaru tworząc mapy rozkładu dla poszczególnych składowych kątowych (α , β' , γ) oraz parametru sieci $a_0^{\gamma'}$.

5.1.4 Skaningowa mikroskopia elektronowa

Do obserwacji mikrostruktury użyto elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM) marki JEOL model JSM 6480 wyposażonego w detektory elektronów wtórnych (SE) oraz wstecznie rozproszonych (BSE). Dodatkowo mikroskop posiada przystawkę EDS – do badania składu chemicznego oraz EBSD – do pomiarów orientacji krystalograficznej. Obserwacje mikrostruktury prowadzono głównie przy użyciu techniki elektronów wstecznie rozproszonych (BSE). Powstający sygnał elektronów wstecznie rozproszonych pozwala na utworzenie kontrastu chemicznego. Umożliwia to,

w przypadku nadstopów niklu, obrazować rozkład dendrytów bez potrzeby trawienia powierzchni zglądu, ponieważ dendryty oraz obszary międzidendrytyczne różnią się składem chemicznym. Dzięki temu możliwe było badanie tej samej powierzchni metodami SEM oraz różnymi metodami dyfrakcji rentgenowskiej (metodą Laue, topografii rentgenowskiej, metodą mapowania orientacji dyfraktometrem EFG) dla których badana powierzchnia musi być gładka.

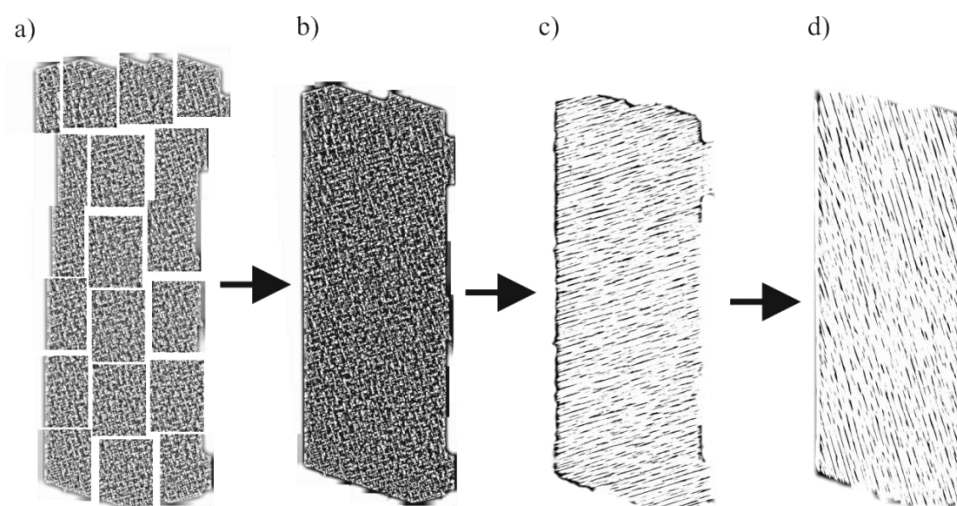
Aby zrozumieć mechanizmy tworzenia defektów orientacji krystalograficznej poszczególnych obszarów łopatki powstających podczas jej krystalizacji niezbędne jest znalezienie korelacji rozkładu dendrytów z mapami opisującymi ich orientację krystalograficzną. W tym celu obrazy mikrostruktury należało wykonać w skali makroskopowej z całej powierzchni próbki, z której otrzymywano mapy orientacji oraz topogramy rentgenowskie. Wymagało to wykonania szeregu zdjęć (zazwyczaj od kilkudziesięciu do stu) mikrostruktury, przy minimalnych powiększeniach umożliwiających obserwację w technice BSE. Następnie zdjęcia łączono w makroskopowy obraz powierzchni zglądu. Tak utworzony obraz przedstawia rozkład ramion dendrytów i na jego podstawie szukano korelacji pomiędzy mikrostrukturą, a orientacją krystalograficzną.

Stworzone makro obrazy SEM struktury dendrytycznej przekrojów poprzecznych łopatek przedstawiają obraz złożony z wielu zespołów dwóch ortogonalnych ramion dendrytów. Aby powiązać strukturę dendrytyczną z defektami orientacji krystalograficznej obserwowanej na topogramach rentgenowskich (co jest niezbędne do pełnej analizy jakości struktury łopatek) w obecnej pracy przedstawiono sposób rozdzielenia obrazu mikrostruktury na poszczególne kierunki zespołu ramion dendrytów. Rysunek 32 ilustruje kolejne etapy tworzenia makro obrazów mikrostruktury oraz ich obróbki komputerowej. Procedura składa się z następujących etapów:

- a) wykonanie szeregu obrazów mikrostruktury z całej powierzchni próbki,
- b) połączenie poszczególnych zdjęć w jeden makroskopowy obraz struktury dendrytycznej z wyrównaniem poziomów jasności oraz kontrastu poszczególnych zdjęć,
- c) transformacja obrazu w celu wyodrębnienia jednego kierunku ramion dendrytów polegająca na:

- zwiększeniu kontrastu w celu wyostrenia ramion dendrytów,
- następnie minimalnym poruszeniu obrazu w kierunku ułożenia jednego kierunku ramion dendrytów. Pozwala to na zwiększenie kontrastu jednego kierunku z zespołu ramion obniżając kontrast ramion drugiego kierunku,
- inwersji kontrastu oraz końcowe zwiększenie kontrastu linii ramion dendrytów.

Obróbka obrazu pozwala na wizualizację szczegółów struktury dendrytycznej związanych z rozkładem ich orientacji trudno dostrzegalnych na pierwotnym obrazie mikrostruktury. Konkretnie zastosowanie tego sposobu wizualizacji będzie przedstawione w rozdziale 7.

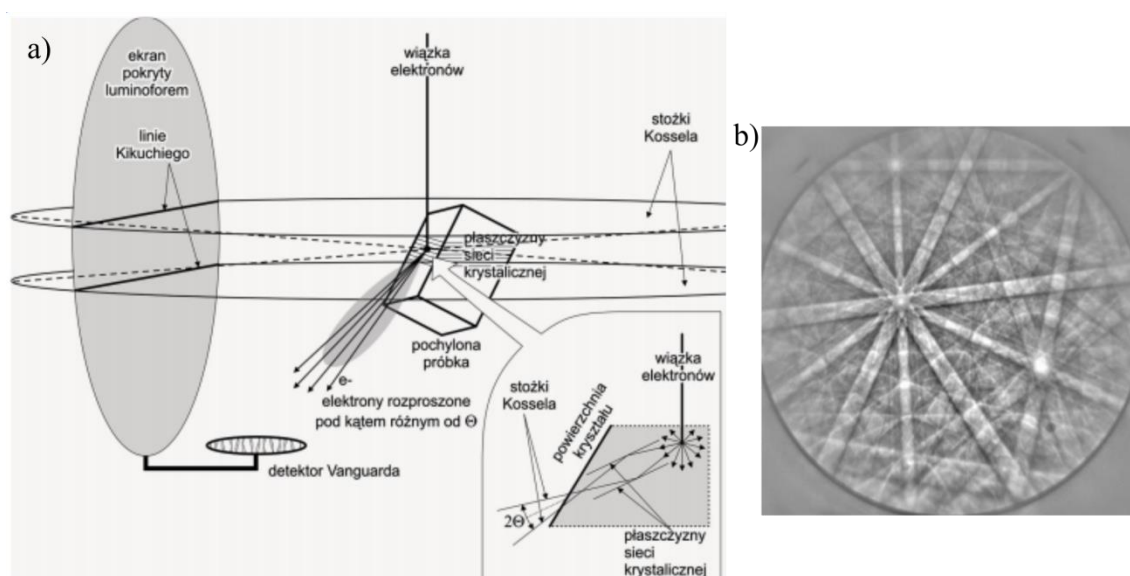


Rys. 32 Etapy tworzenia panoramicznych obrazów mikrostruktury dendrytycznej oraz ich obróbki komputerowej w celu uwidocznienia rozkładu zespołu ramion dendrytów.

5.1.5 Pomiary orientacji metodą EBSD

Metoda dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) w skaningowym mikroskopie elektronowym pozwala wyznaczyć m.in. bezwzględną i względną orientację krystalitów. W metodzie tej zbieżna wiązka elektronów oddziałuje z powierzchnią próbki nachyloną pod kątem 70° względem normalnej do osi

elektronooptycznej. W takiej geometrii głębokość z której następuje dyfrakcja elektronów w przypadku materiałów takich jak nadstopy niklu nie przekracza 50 nm. Elektrony, ugięte na pojedynczej płaszczyźnie krystalograficznej, zgodnie z prawem Bragga, prowadzą do utworzenia dwóch stożków rozpraszania, tzw. stożków Kossela [88]. Efektem przecięcia stożków z płaszczyzną detektora jest system pasm zwanych liniami Kikuchi (Rys. 33). Położenie tych pasm zależy od orientacji krystalograficznej krystalitów.

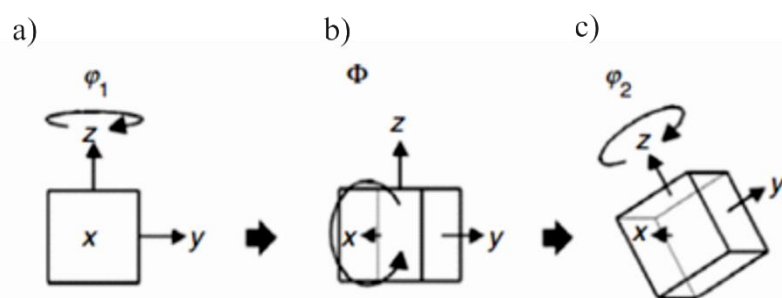


Rys. 33 Schemat tworzenia pasm Kikuchi (a) oraz przykładowy obraz dyfrakcyjny elektronów wstecznie rozproszonych (b) [88].

Standardowo orientacja krystalograficzna wyznaczana jest z dokładnością poniżej 1° . Orientacja w odniesieniu do referencyjnych kierunków związanych z osiami stolika mikroskopu jest przedstawiana poprzez podanie kątów Eulera φ_1 , Φ , φ_2 . Opis obrotów określających poszczególne kąty Eulera przedstawiono schematycznie na rysunku 34.

Polegają one na:

- rotacji o kąt φ_1 wokół osi Z – prostopadłej do powierzchni/stolika,
- następnie rotacji o kąt Φ wokół obróconej osi X – prostopadłej do Z,
- następnie rotacji o kąt φ_2 wokół obróconej osi Z.



Rys. 34 Rotacja opisywana przy pomocy poszczególnych kątów Eulera [89].

Dodatkowo metoda EBSD pozwala wyznaczyć mapy rozmycia linii Kikuchi pozwalające uwidocznić miejsca o zwiększonej koncentracji defektów, czyli tzw. mapy „Band Contrast”, przedstawiające analizę kontrastu linii oraz „Band Slope”, przedstawiające analizę rozmycia krawędzi linii [88-91]. Wartości na mapach Band Slope oraz Band Contrast przedstawione są w zakresie od 0 do 255, gdzie wyższe wartości oznaczają bardziej wyostrzony obraz linii, bądź krawędzi linii Kikuchi.

5.1.6 Transmisyjna mikroskopia elektronowa

Z uwagi na wielkoskalową budowę nadstopów niklu badania struktury prowadzono również z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej, która umożliwia bezpośrednią obserwację obszarów o wymiarach rzędu kilkudziesięciu do setek nanometrów. Do obserwacji struktury cienkich folii użyto mikroskopu transmisyjno-skaningowego Titan 80-300 marki FEI. Badania prowadzono przy napięciu przyspieszającym wynoszącym 300 kV. W trybie skaningowo-transmisyjnym (STEM) korzystano z detektorów dedykowanych do trybu STEM: centralnego detektora pola jasnego (BF) oraz wysokorozdzielczego szeroko-kątowego pierścieniowego detektora pola ciemnego (HAADF). Dominujące mechanizmy powstawania kontrastu dla tych detektorów są związane odpowiednio z: kontrastem absorpcyjnym (obszary grubsze lub o wyższej liczbie atomowej obrazują się jako ciemniejsze) oraz z kontrastem czułym na liczbę atomową, który jest związany wyłącznie ze zmianami składu chemicznego próbki.

Wykonane cienkie folie badano dodatkowo za pomocą mikroskopu JEOL JEM 3010 wyposażonego w przystawkę firmy Nanomegas umożliwiającą precesję wiązki elektronów. Precesja wiązki elektronowej zaproponowana w 1994 roku [92] jest stosunkowo nową techniką cieszącą się coraz większym zainteresowaniem. W technice tej, wiązka elektronów jest odchylana, po obwiedni stożka, od osi optycznej mikroskopu pod określonym kątem – zwanym kątem precesji. Następnie po przejściu przez próbkę wiązki dyfrakcyjne są odchylane z powrotem w stronę osi optycznej mikroskopu. Dzięki temu możliwe jest obniżenie wpływu efektów dynamicznych na natężenia refleksów, a obrazy dyfrakcyjne uzyskane w ten sposób są tworzone przy udziale większej liczby refleksów [92].

Dzięki zastosowaniu techniki precesji wiązki, możliwe jest, prowadzenia analizy orientacji krystalograficznej i fazowej w skali nanometrycznej [92]. Z wybranego obszaru zbierany jest szereg obrazów dyfrakcyjnych (nawet kilkanaście tysięcy) powstających podczas skanowania obszaru próbki z zadaniem krokiem wiązką elektronową. Następnie obrazy analizowane są względem wygenerowanych wzorców elektronogramów i na tej podstawie następuje przyporządkowanie fazy oraz orientacji krystalograficznej w badanym punkcie. Pomiaru te dają podobne wyniki do tych uzyskiwanych metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) stosowaną w skaningowych mikroskopach elektronowych.

5.2 Materiał do badań

Jako materiału do wykonania odlewów łopatek turbiny lotniczej, użyto przemysłowego nadstopu II generacji na bazie niklu o nazwie handlowej CMSX-4 produkowanego przez firmę Cannon-Muskegon Co. (USA). Stop ten został opatentowany w 1987 roku [94] jako następca stopów CMSX-2 oraz CMSX-3, na bazie których powstał. Poprzez dodatek renu, zwiększenie zawartości kobaltu oraz pierwiastków trudno topliwych: wolframu oraz tantalu, znacznie poprawiono stabilność struktury w wysokich temperaturach. Było to możliwe także dzięki uzyskaniu ok. 70% (objętościowo) udziału fazy γ' w stopie [95,96]. Tabela 3 przedstawia skład chemiczny stopu w procentach masowych. Jego gęstość wynosi $8,70 \text{ g/cm}^3$. Stop ten umożliwia pracę wyrobów w temperaturze do $1163 \text{ }^\circ\text{C}$. Posiada dobre właściwości odlewnicze z przeznaczeniem na odlewanie monokrystalicznych elementów turbin silników lotniczych. Charakteryzuje się przeciętnymi właściwościami w przypadku odlewania z dużymi gradientami temperatury.

Tabela 3 Skład chemiczny stopu CMSX-4 [% mas.] [94].

Nazwa	Cr	Co	W	Al	Ta	Ti	Mo	Re	Hf	Ni
CMSX-4	6,5	9,0	6,0	5,6	6,5	1,0	0,6	3,0	0,1	Reszta

5.2.1 Otrzymywanie łopatek

Kierunkowe odlewanie (krystalizacja) monokrystalicznych łopatek turbiny lotniczej odbywało się metodą Bridgmana w piecu ALD VIM-IC 2 E – DS./S.C. (Rys. 35) w Laboratorium Badań dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej. Komora grzewcza składała się z dwóch grzejników o średnicy 300 mm. Chłodzona wodą miedziana podstawa o średnicy 250 mm była umieszczona pod komorą grzewczą. Stop przed zalewaniem był wygrzewany w temperaturze $1520 \text{ }^\circ\text{C}$ przez ok. 30 minut. Prędkości wyciągania formy ze strefy grzewczej wynosiły 3 oraz 5 mm/min.

Gradient temperatury w przypadku tej metody w zależności od prędkości wyciągania waha się w granicach od 1,5 do 3,5 K/mm.



Rys. 35 Piec do kierunkowego odlewania firmy ALD

5.2.2 Preparatyka próbek

Preparatyka próbek w przypadku badań metodą topografii rentgenowskiej, jak również metodą EBSD jest szczególnie istotna. Metody te są bowiem niezwykle czułe na wszelkie nierówności powierzchni mogące utrudnić interpretacje wyników. Dodatkowo wpływ na wynik ma stan warstwy przypowierzchniowej, której naprężenie może powodować rozmycie kontrastu na topogramach lub niedokładność wyników w metodzie EBSD.

Przygotowanie powierzchni nadstopów niklu jest stosunkowo proste, nie różni się znacząco od metodyki stosowanej w przypadku stali austenitycznych, jednak należy wziąć pod uwagę właściwości nadstopów niklu takie jak duża twardość, obecność faz umacniających oraz wysoką odporność korozyjną. Podczas każdego etapu przygotowywania próbek należy zwracać szczególną uwagę na ograniczenie siły docisku, aby uniknąć wprowadzenia nadmiernych naprężeń w warstwie wierzchniej. Do cięcia odlewów użyto precyzyjnej niskoprądowej przecinarki elektroiskrowej z przeznaczeniem do obróbki monokryształów Servomet SMD marki Metals Research Ltd. (GB). Podczas cięcia urządzenie wykorzystuje erozję elektryczną zachodzącą wskutek krótkotrwałych iskrowych wyładowań między obrabianym elementem umieszczonym w nafcie i elektrodą. Metoda ta zapewnia dużą dokładność wymiarów oraz małą chropowatość powierzchni. Przy zastosowaniu małego prądu zmiany

przypowierzchniowe sięgają na ok. 150 μm w głąb próbki [97]. Stosowanie niewielkiego prądu znacząco wydłuża czas cięcia, dlatego w przypadku dużych przekrojów stosowano precyzyjną przecinarkę tarczową firmy Struers, Accutom-5. Umożliwia ona ustawienie minimalnego przesuwu rzędu 0,005 mm/sec., przy jednoczesnym chłodzeniu tarczy cieczą.

Przygotowanie powierzchni po cięciu rozpoczynano na wodnych papierach ściernych SiC. W przypadku wykorzystania polerki automatycznej stosowano maksymalny docisk 15 N (zalecany standardowy docisk wynosi 25 N). Szlifowanie obejmowało kolejno gradacje 500, 800, 1000, 1200. Każdy etap szlifowania trwał ok. 180 sekund z prędkością obrotową 250 obr./min. Końcowym etapem było szlifowanie ręczne z niewielkim dociskiem na papierze o gradacji 2000.

Polerowanie wykonywano na suknach polerskich marki Struers typu Md-Mol z wykorzystaniem zawiesin diamentowych polikrystalicznych DP-suspension P 6 μm , 3 μm , 1 μm oraz 0,25 μm . W przypadku polerowania prędkość obrotowa wynosiła 150 obr./min., czas ok. 240 sekund. W przypadku stosowania polerki automatycznej docisk wynosił 10N. Bardzo ważnym elementem w przypadku automatycznego polerowania jest zachowanie odpowiedniej dynamiki poruszania się powierzchni próbek po tarczy polerskiej. W przypadku złożonych struktur o charakterze kompozytowym, jak w przypadku nadstopów niklu, nieprawidłowa preparatyka często prowadzi do powstawania tzw. komet, wykruszania się cząstek fazy o innej twardości lub zaoblenia krawędzi [98]. Aby uniknąć błędów preparatyki w przypadku zastosowania automatycznej polerki należy zawsze wykonywać ruchy oscylacyjne uchwytem z próbkami zgodnie z kierunkiem tarczy polerskiej oraz zachować podobne (ale nie identyczne) wzajemne prędkości obrotowe.

Procedurę przygotowania powierzchni w automatycznej polerce przedstawiono w tabelach 4 oraz 5.

Tabela 4 Etapy szlifowania powierzchni złądów.

















	Krok	Szlifowanie	Szlifowanie	Szlifowanie	Szlifowanie
	Materiał polerski	Papier ścierny	Papier ścierny	Papier ścierny	Papier ścierny
	Materiał ścierny	SiC	SiC	SiC	SiC
	Gradacja	500	800	1000	1200
	Lubrykant	Woda	Woda	Woda	woda
	Obr/min	240-300	240-300	240-300	240-300
	Docisk [N]	15-20	15-20	15-20	15-20
	Kierunek obr. Uchwyt/tarcza	Zgodny	Zgodny	Zgodny	Zgodny
	Czas [min.]	Do płaskiej powierzchni	2	2	2

Tabela 5 Etapy polerowania powierzchni złądów.

	Krok	Polerowanie	Polerowanie	Polerowanie	Polerowanie
	Materiał polerski	Struers MD-Mol	Struers MD-Mol	Struers MD-Mol	Struers MD-Mol
	Materiał ścierny	Dp suspensionP	Dp suspensionP	Dp suspensionP	Dp suspensionP
	Gradacja	6 μm	3 μm	1 μm	1/4 μm
	Lubrykant	Płyn smarująco-chłodzący, Struers, zielony	Płyn smarująco-chłodzący, Struers, zielony	Płyn smarująco-chłodzący, Struers, zielony	Płyn smarująco-chłodzący, Struers, zielony
	Obr/min	150	150	150	150
	Docisk [N]	10	10	10	10
	Kierunek obr. Uchwyt/tarcza	Zgodny	Zgodny	Zgodny	Zgodny
	Czas [min.]	8	6	5	5

Dodatkowym krokiem w preparatyce, przed badaniem metodą EBSD, było polerowania z użyciem koloidalnej zawiesiny tlenku krzemu o gradacji 0,04 μm na polerce wibracyjnej, bądź automatycznej z użyciem płótna MD-Chem marki Struers.

6 Metodyka pomiaru dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej dla nadstopu niklu CMSX-4

Pomiary metodą dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej mogą być wykonywane z wykorzystaniem wielu refleksów dyfrakcyjnych. Jednak nie wszystkie pozwalają na uzyskanie dobrej jakości topogramu lub dodatkowych informacji o zdefektowaniu. Większość badań nadstopów niklu metodą topografii rentgenowskiej wykonywana jest z wykorzystaniem refleksu 002 [56-74], głównie z powodu jego wysokiej intensywności znacząco skracającej czas pomiaru i ograniczającej poziom tła. Jednak wybór ten ma też swoje ograniczenia. Na przykład w topografii rentgenowskiej Auleytnera z szeroką wiązką może następować istotne zawężenie refleksu w kierunku prostopadłym do osi oscylacji, co obniża rozdzielczość kątową metody w tym kierunku. Dlatego niezbędna była analiza różnych warunków dyfrakcji umożliwiająca uzyskanie najlepszej jakości obrazów dyfrakcyjnych.

W tabeli 6 podano kąty Bragga refleksów dla obu faz nadstopu niklu w przypadku wykorzystania promieniowania charakterystycznego lampy miedzianej oraz kobaltowej. Przyjęte do obliczeń parametry sieci to 3,570 Å dla fazy γ oraz 3,603 Å dla fazy γ' [99]. W celu poprawy rozdzielczości metod topografii rentgenowskiej można wybrać konkretne refleksy oraz rodzaj anody lampy rentgenowskiej. Dla przykładu, wykorzystując refleks 004 oraz linie promieniowania $\text{Co}_{K\alpha}$ otrzymujemy dyfrakcję jedynie od fazy γ' . Korzystając z kolei z refleksu typu 133 oraz anody kobaltowej powinniśmy otrzymać dyfrakcję jedynie od linii $\text{Co}_{K\beta}$, co pozwoli na zwiększenie rozdzielczości topogramu. Jednak niska intensywność linii K_{β} wiązki pierwotnej wymaga w tym przypadku zastosowania mocnego źródła oraz długiego czasu naświetlania. Ten sam efekt można uzyskać na anodzie miedzianej z wykorzystaniem refleksu 224. Warto również zauważyć, iż refleks 024 (wykorzystywany m.in. w opisaniej metodzie Ω -scan) jest możliwy jedynie z wykorzystaniem promieniowania anody miedzianej.

Tabela 6 Kąty Bragga refleksów faz nadstopu niklu CMSX-4 dla lampy rentgenowskiej o anodzie kobaltowej oraz miedzianej [stopnie katowe].

Refleks	Faza γ						Faza γ'					
	$\theta_{Cu\ K\alpha1}$	$\theta_{Cu\ K\alpha2}$	$\theta_{Cu\ K\beta}$	$\theta_{Co\ K\alpha1}$	$\theta_{Co\ K\alpha2}$	$\theta_{Co\ K\beta}$	$\theta_{Cu\ K\alpha1}$	$\theta_{Cu\ K\alpha2}$	$\theta_{Cu\ K\beta}$	$\theta_{Co\ K\alpha1}$	$\theta_{Co\ K\alpha2}$	$\theta_{Co\ K\beta}$
111	21,94	22,00	19,74	25,72	25,78	23,15	21,73	21,79	19,55	25,47	25,53	22,93
002	25,56	25,63	22,95	30,07	30,14	27,00	25,31	25,38	22,73	29,77	29,84	26,73
022	37,61	37,72	33,47	45,13	45,25	39,94	37,20	37,31	33,12	44,60	44,72	39,51
113	45,69	45,84	40,29	56,20	56,38	48,84	45,16	45,30	39,85	55,42	55,60	48,24
222	48,37	48,53	42,49	60,22	60,44	51,84	47,78	47,94	42,01	59,31	59,52	51,18
004	59,66	59,90	51,25	-	-	65,23	58,77	59,01	50,60	83,22	84,36	64,11
133	70,13	70,53	58,20	-	-	81,67	68,73	69,09	57,36	-	-	78,63
024	74,77	75,31	60,69	-	-	-	72,95	73,42	59,77	-	-	-
224	-	-	72,79	-	-	-	-	-	71,17	-	-	-

W metodzie Auleytnera z szeroką wiązką nie stosuje się monochromatora wiązki pierwotnej. Skutkuje to obecnością na topogramach zarówno refleksów od promieniowania K_{α} , jaki i K_{β} obniżając tym samym rozdzielczość topogramu. Dodatkowo dwufazowa struktura nadstopów niklu oraz nieznacznie różne parametry sieci mogą wpływać na rozmycie topogramu. Wykresy przedstawione na rysunku 36 przedstawiają różnice kątów Bragga wpływającą na przesunięcie katowe odpowiednich refleksów na topogramach w zależności od wybranego refleksu:

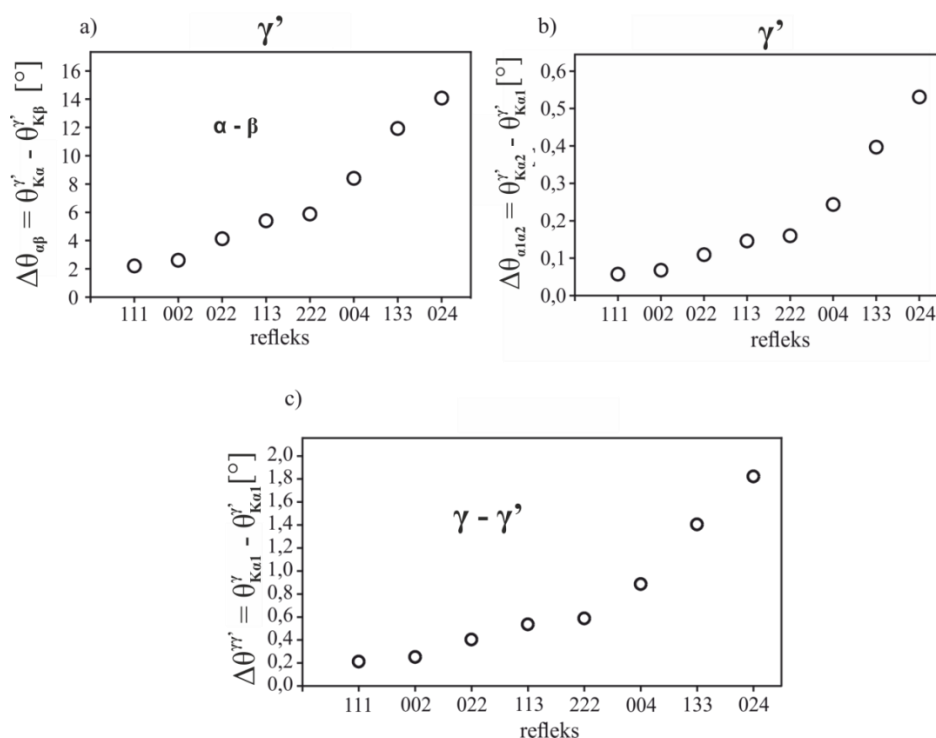
- dla promieniowania $Cu_{K\alpha}$ i $Cu_{K\beta}$ fazy γ' ($\Delta\theta_{\alpha\beta} = \theta_{K\alpha}^{\gamma'} - \theta_{K\beta}^{\gamma'}$),
- dla promieniowania $Cu_{K\alpha1}$ i $Cu_{K\alpha2}$ fazy γ' ($\Delta\theta_{\alpha1\alpha2} = \theta_{K\alpha2}^{\gamma'} - \theta_{K\alpha1}^{\gamma'}$),
- dla promieniowania $Cu_{K\alpha}$ różnice kąta Bragga fazy γ i γ' ($\Delta\theta^{\gamma\gamma'} = \theta_{K\alpha}^{\gamma} - \theta_{K\alpha}^{\gamma'}$).

W przypadku otrzymywania topogramu z wykorzystaniem refleksów typu 002, bądź 111, z uwagi na małą wartość $\Delta\theta^{\alpha\beta}$ (szczególnie przy zbyt bliskim ustawieniu detektora do kryształu) może skutkować nałożeniem kontrastów od linii

promieniowania K_{α} i K_{β} oraz obniżeniem rozdzielczości topogramu. Jednak mała różnica kątowa pomiędzy liniami $K_{\alpha 1}$ oraz $K_{\alpha 2}$ ($\Delta\theta_{\alpha 1\alpha 2} \approx 0,05^{\circ}$, Rys. 36b) w przypadku tych samych refleksów nie powinna powodować znacznego rozmycia topogramu. W przypadku refleksu 113 różnica ta nadal jest niewielka ($0,15^{\circ}$, Rys.36b).

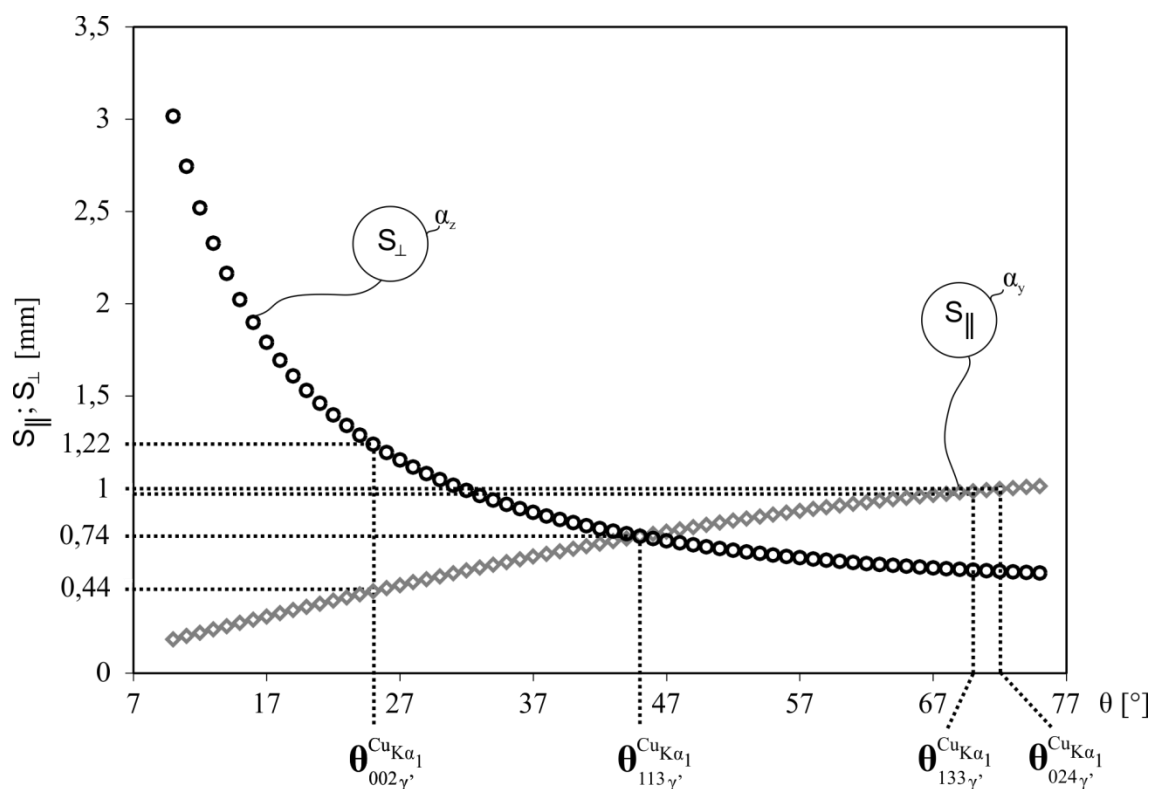
Nieznaczne różne parametry sieci obu faz mogą również powodować obniżenie rozdzielczości topogramów zależnie od wybranego refleksu dyfrakcyjnego. Efekt rozmycia będzie najmniejszy w przypadku refleksów 111 i 002 (Rys. 36c, $\Delta\theta^{\gamma\gamma'} \approx 0,2^{\circ}$). W przypadku refleksu 113 efekt ten nadal jest niewielki (Rys. 36c, $\Delta\theta^{\gamma\gamma'} \approx 0,5^{\circ}$).

Defekty, takie jak bloki mozaiki o znacznej dezorientacji, nie powodują efektu rozmycia topogramu, co sprawia że nie stwarzają problemów w interpretacji. Jednak wystąpienie lokalnych odkształceń sieci, czy obszary o niewielkiej dezorientacji, mogą nie ujawnić się wskutek wymienionych efektów rozmycia występujących w nadstopach niklu.



Rys. 36 Różnice kątów Bragga fazy γ' promieniowania $Cu_{K\alpha}$ i $Cu_{K\beta}$ (a) oraz $Cu_{K\alpha 1}$ i $Cu_{K\alpha 2}$ (b), jak i kątów Bragga dla faz γ i γ' promieniowania $Cu_{K\alpha}$ (c) w zależności od badanego refleksu.

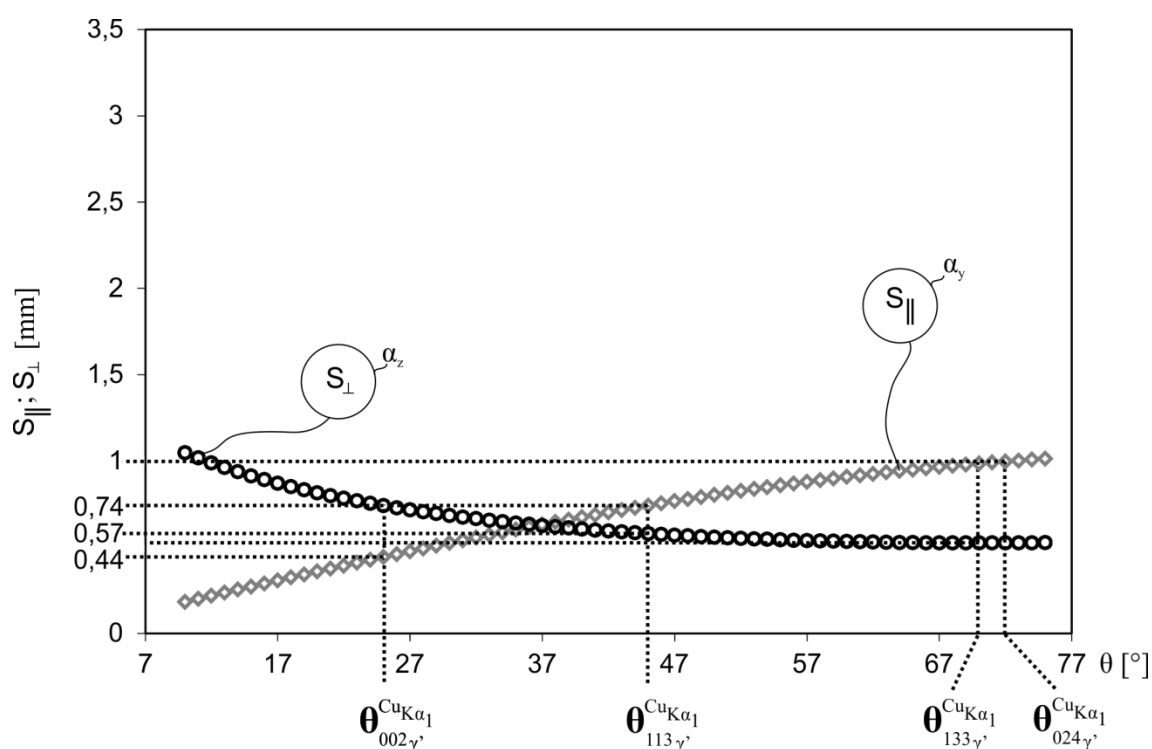
Kąt Bragga wybranych do badania płaszczyzn krystalograficznych ma również wpływ na przesunięcie obrazów bloków na topogramie zgodnie z warunkami dyfrakcji rozbieżnej wiązki w zastosowanej geometrii Auleytnera. Na rysunku 37 przedstawiono wykres składowych rozsunienia obrazów sąsiednich bloków (S_{\perp}, S_{\parallel}) w zależności od kąta Bragga (θ) w przypadku refleksów symetrycznych. Do obliczeń przyjęto stałą rotację dwóch bloków mozaiki wynoszącą $0,3^{\circ}$ (przeciętna wartość dezorientacji w badanych nadstopach niklu). Odległość detektora od kryształu wynosi 100 mm, płaszczyzna detektora jest ustawiona równolegle do powierzchni próbki. Obliczenia wykonano przy użyciu wzorów (6) ze strony 44.



Rys. 37 Zależność składowych przesunięcia obrazów bloków S_{\perp} oraz S_{\parallel} na topogramie rentgenowskim od kąta Bragga w przypadku symetrycznych refleksów fazy γ' (promieniowanie $\text{CuK}\alpha$).

Z wykresu na rysunku 37 wynika, że w przypadku symetrycznego refleksu typu 002 promieniowania $\text{CuK}\alpha$ ($\theta_{002}^{\text{CuK}\alpha} \approx 25^{\circ}$), w metodzie Auleytnera z szeroką wiązką,

przesunięcie prostopadłe do osi oscylacji dla takich samych dezorientacji bloków mozaiki będzie około trzykrotnie większe, niż przesunięcie w osi rotacji. Oznacza to, znacznie większą czułość metody na dezorientacje bloków związaną z ich wzajemnym obrotem względem osi oscylacji. Efektu tego nie będziemy obserwować w przypadku refleksu 113 ($\theta_{113}^{CuK\alpha} \approx 45^\circ$), dla którego przesunięcia będą praktycznie równe w obu kierunkach. Czułość na dezorientacje bloków związana z ich wzajemnym obrotem względem osi oscylacji w tym przypadku zmniejszy się (zmniejszenie przesunięcia bloków $S_{\perp}(\theta_{CuK\alpha})$ z 1,22 mm do 0,74 mm). W przypadku wykorzystania refleksów o wyższych kątach Bragga, typu 133 oraz 024, czułość na dezorientacje związaną z obrotem względem osi prostopadłej do osi oscylacji (S_{\parallel}) jest ok. dwukrotnie większa w porównaniu do czułości na dezorientację związaną z obrotem względem osi oscylacji.



Rys. 38 Zależność składowych przesunięcia obrazów bloków S_{\perp} oraz S_{\parallel} na topogramie rentgenowskim od kąta Bragga w przypadku asymetrycznych refleksów fazy γ' (promieniowaine $CuK\alpha$) o kącie $\alpha = 20^\circ$.

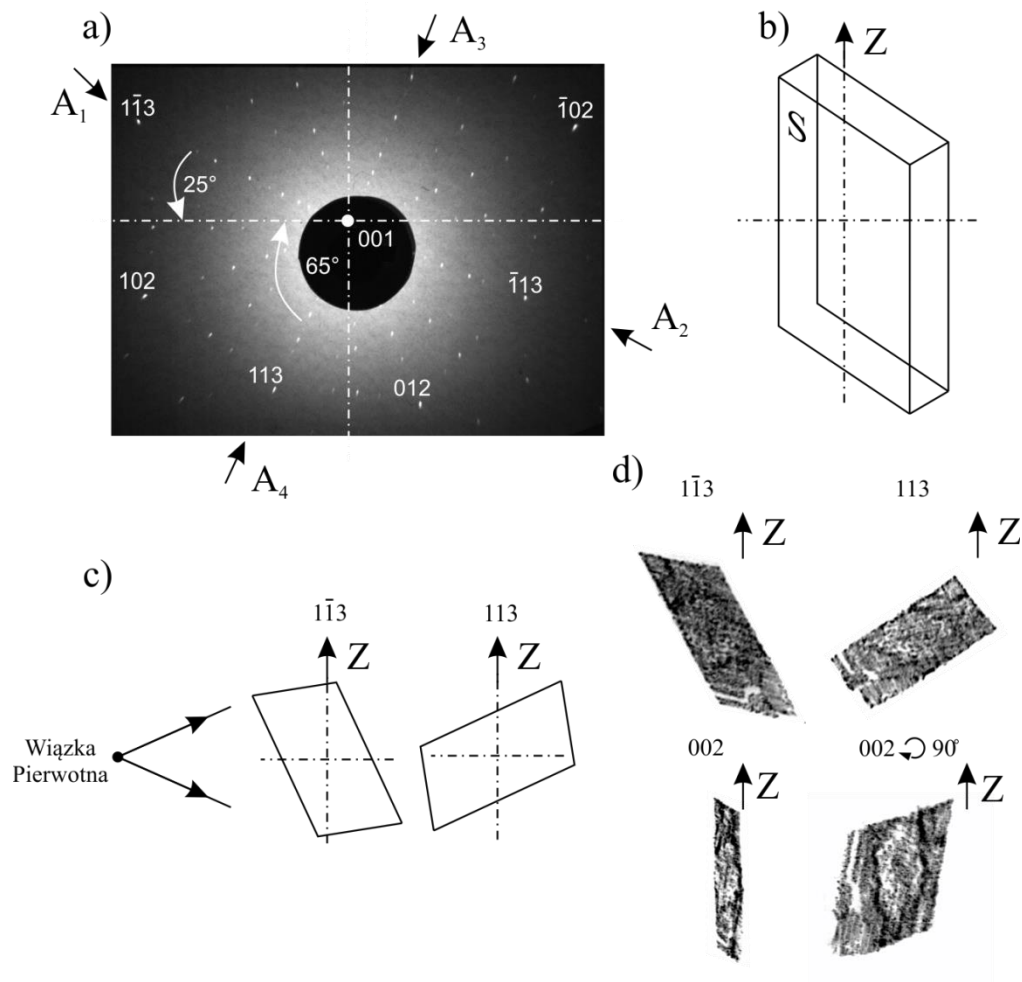
Rysunek 38 ilustruje wpływ kąta Bragga na przesunięcie obrazów bloków mozaiki w przypadku refleksów asymetrycznych. Wykresy wykonano na podstawie wzorów (7) ze strony 45. Podobnie jak w przypadku symetrycznych refleksów przyjęto stałą rotację bloków mozaiki wynoszącą $0,3^\circ$, odległość detektora od kryształu równą 100 mm. Kąt odchylenia badanych płaszczyzn od powierzchni kryształu ustalono na 20° - wartość ta reprezentuje odchylenie płaszczyzny typu (113) w przypadku orientacji powierzchni zglądu prostopadle do kierunku [001]. W przypadku topogramów otrzymanych od asymetrycznych refleksów przesunięcie obrazów bloków na topogramie w osi prostopadłej do osi oscylacji (S_\perp) zmniejsza się w porównaniu do symetrycznych refleksów odpowiednio o ok. 0,5 mm dla refleksu 002, oraz o ok. 0,15 mm dla refleksu 113.

Z przedstawionych rozważań wynika, że w przypadku badań porównawczych ukierunkowanych na ustalenie zmian strukturalnych spowodowanych jakimś czynnikiem niezbędne jest wykonanie topogramów w takiej samej geometrii dyfrakcji. Szczególnie ważne jest to w przypadku analizy tej samej powierzchni próbki, która została poddana obróbce, np. cieplnej. O ile w przypadku symetrycznych refleksów np. typu 002, przy badaniach zglądów poprzecznych (prostopadłych do kierunku krystalizacji), sprowadza się to do ustawienia odpowiedniego kąta Bragga refleksu, to w przypadku refleksów asymetrycznych, np. typu 113, do porównania różnych próbek należy wybrać odpowiedni refleks dający podobną geometrię odzwierciedlenia na topogramie powierzchni próbki.

Rysunek 39a przedstawia przykład Lauegramu zwrotnego otrzymanego z przekroju zamka łopatki ułożonego jak na rysunku 39b. Aby otrzymać topogram od płaszczyzn typu {113} należy próbkę obrócić o pewien kąt tak, aby pas płaszczyzn na którym znajduje się refleks (pas A_1A_2 dla refleksu $1\bar{1}3$ lub A_3A_4 dla 113) był ustawiony prostopadle do osi oscylacji Z (czyli poziomo). Topogram można otrzymać w przypadku dwóch refleksów $1\bar{1}3$ lub 113. W przypadku pierwszego refleksu należało obrócić próbkę o kąt 25° przeciwnie do wskazówek zegara, a dla drugiego refleksu o kąt 65° zgodnie ze wskazówkami zegara. Ułożenie badanej powierzchni po dokonaniu obrotów przedstawia rysunek 39c. Na rysunku 39d zamieszczono otrzymane topogramy z użyciem tych refleksów oraz z użyciem refleksu 002 otrzymanego przy ułożeniu

próbki pionowo oraz obróconej o 90° . Dobrze widoczna jest różnica w ogólnym kształcie topogramów (w obrysie topogramów). Jest to ważne ze względu na opisany wcześniej efekt większej czułości na dezorientację prostopadłą do osi oscylacji, na topogramach refleksów $1\bar{1}3$ lub 113 mogą być wizualizowane defekty niewidoczne na topogramach refleksu 002 .

Z powyższych rozważań wynika, że w celu porównania struktury realnej różnych próbek, np. otrzymanych z różnymi prędkościami krystalizacji, należy stosować te same refleksy. Dodatkowo, w przypadku płaszczyzn asymetrycznych niezbędne jest podobne ułożenie powierzchni badanej względem wiązki padającej. Z uwagi na wysoką intensywność refleksu typu 002 oraz znaczne rozsuniecie bloków mozaiki w kierunku prostopadłym do osi oscylacji (S_\perp) refleks ten z powodzeniem może być stosowany do badania doskonałości strukturalnej łopatek. Jednak znaczne zawężenie topogramu na detektorze (kliszy) może w niektórych przypadkach utrudniać ujawnienie obecności bloków mozaiki oraz porównanie defektów orientacyjnych z strukturą dendrytyczną. Z uwagi na geometrię pomiaru w rozbieżnej wiązce obrys refleksu typu 113 w przypadku nadstopu niklu CMSX-4 jest zwykle najbardziej zbliżony do realnego kształtu próbki, co ułatwia interpretację topogramu. Dzięki temu jest on najlepszy do bezpośredniego skojarzenia występujących dezorientacji z obserwowaną strukturą dendrytyczną. Jednak z uwagi na słabą intensywność refleksu czas badania znacznie się wydłuża, a defekty takie jak makroskopowe odkształcenia, które znacznie obniżają intensywność wiązki, mogą nie zostać ujawnione.

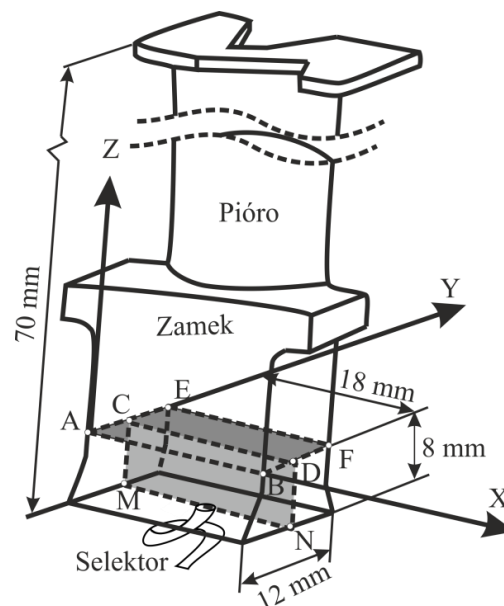


Rys. 39 (a) Lauegram zwrotny z powierzchni S przekroju poprzecznego zamka łopatk, ułożonego, jak na rysunku (b). Ułożenie zamka w wiązce pierwotnej dla otrzymania topogramu refleksów typu 113 (c) oraz przykład wpływu geometrii ułożenia próbki i wybranego refleksu na kształt topogramu (d). Z – oś oscylacji próbki; promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$.

7 Wyniki Badań

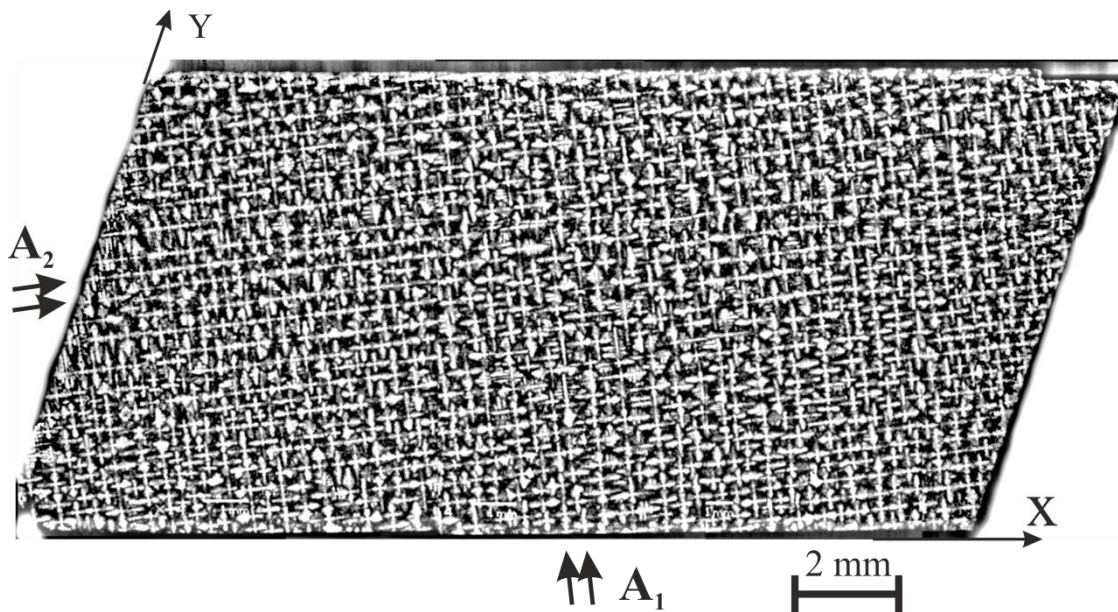
7.1 Analiza zglądów zamka łopatki

Analizę fragmentów łopatek turbin rozpoczęto od zbadania zamka łopatek. Na rysunku 40 przedstawiono schemat łopatki turbiny silnika lotniczego wraz z zaznaczonymi powierzchniami badanych próbek. Wykonano zglądy metalograficzne przekrojów poprzecznych (ABFE, Rys. 40) oraz wzdłużnych (CDNM, Rys. 40). Zglądy poprzeczne wykonano w odległości 8 mm od podstawy. Zglądy wzdłużne wykonano bezpośrednio nad miejscem łączenia selektora z zamkiem. Tak przygotowane próbki umożliwiają bezpośrednie określenie wpływu selektora na zdefektowanie zamka łopatki. Wyciąganie łopatki ze strefy grzania podczas krystalizacji kierunkowej było przeciwne do zwrotu osi Z, która jest prostopadła do płaszczyzny XY oraz płaszczyzny ABFE. Przedstawione w niniejszym rozdziale wyniki zostały opublikowane w artykule [100].



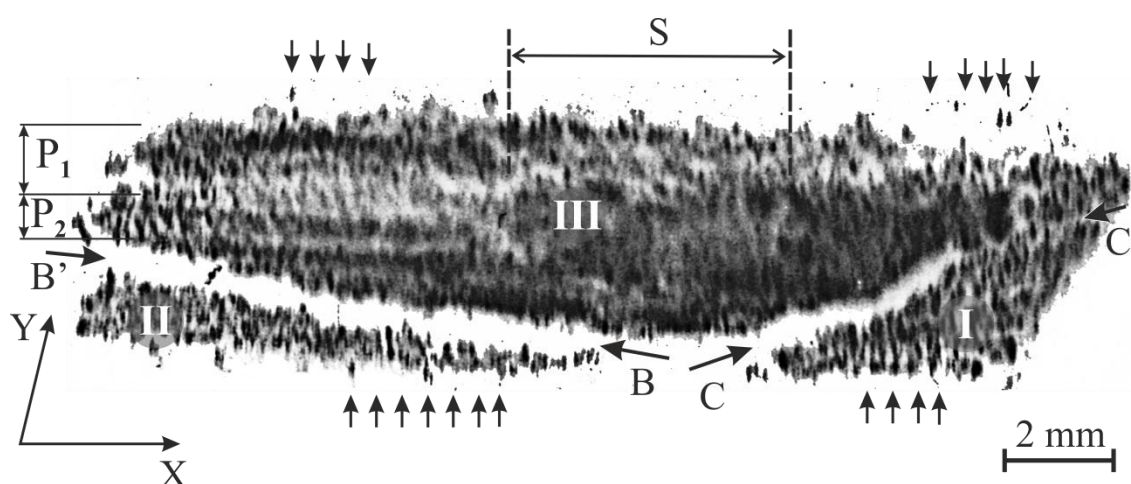
Rys. 40 Schemat łopatki silnika lotniczego z zaznaczonymi powierzchniami przygotowanych zglądów: ABFE - zgląd poprzeczny; CDNM zgląd wzdłużny.

Powierzchnie zglądów badano za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) w technice BSE. Na rysunku 41 przedstawiono typowy obraz struktury dendrytycznej przekroju poprzecznego zamka łopatkki. Na obrazie można wyróżnić dwa układy ułożenia ramion dendrytów oznaczone jako A_1 oraz A_2 . Cały obraz mikrostruktury wykazuje typowy charakter dla struktury dendrytycznej stopu CMSX-4 [8]. Obserwowany układ wzajemnie prostopadłych ramion dendrytów świadczy, że płaszczyzna zglądu była w przybliżeniu prostopadła do rdzeni dendrytów.



Rys. 41 Typowy obraz struktury dendrytycznej przekroju poprzecznego (ABFE, Rys. 40) zamka łopatkki. Łopatkę otrzymano z prędkości wyciągania formy z obszaru grzania wynoszącą 5 mm/min. A_1, A_2 – kierunki ułożenia ramion dendrytów.

Z tej samej powierzchni próbki wykonano topogram rentgenowski przedstawiony na rysunku 42.

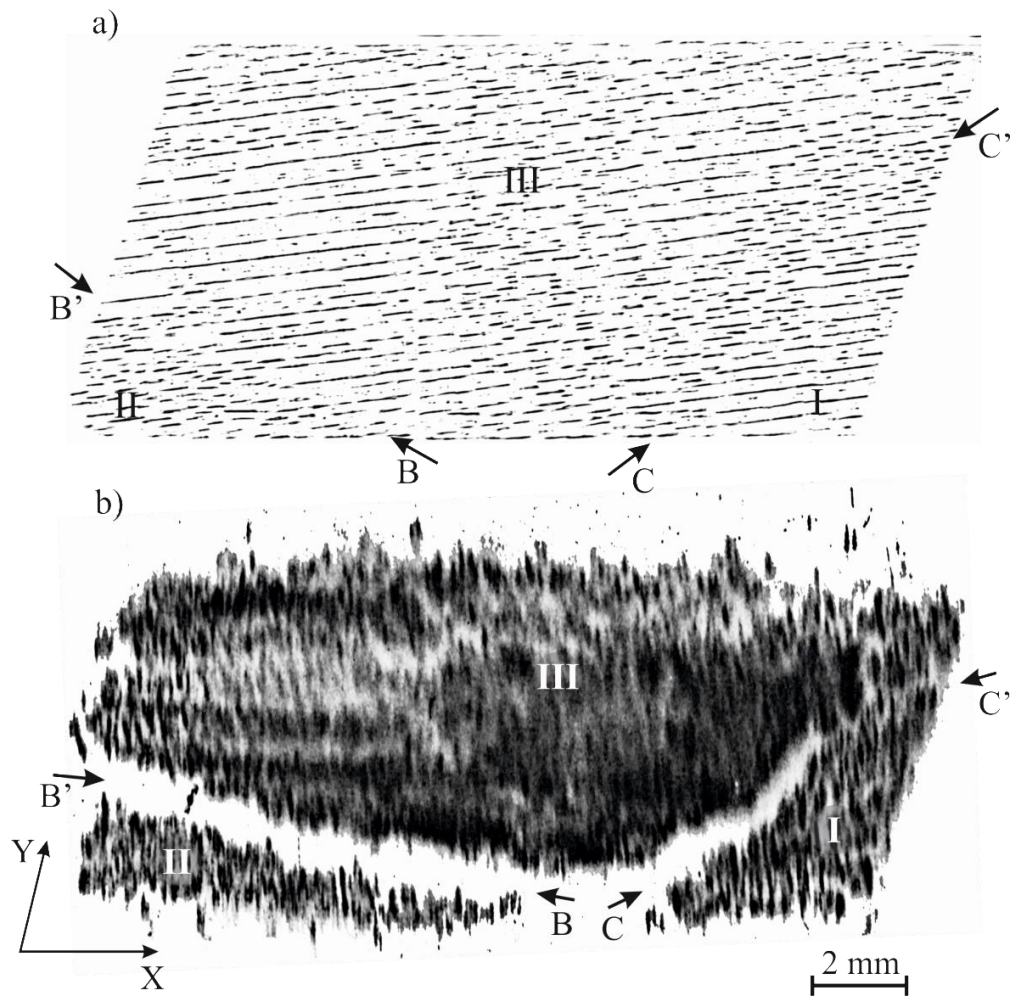


Rys. 42 Topogram rentgenowski przekroju poprzecznego zamka łopatk. Refleks 113, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$. Łopatkę otrzymano z prędkości wyciągania formy z obszaru grzania wynoszącą 5 mm/min. Film i próbka oscylują wokół osi X. BB', CC' – granice niskiego kąta, P₁, P₂ – pasma kontrastu, S – obszar rozmycia kontrastu na topogramie.

Topogram rentgenowski można traktować jako mapę dezorientacji sieci krystalicznej. Na topogramie można wyodrębnić trzy bloki (subziarna) oznaczone jako I, II i III (Rys. 42), rozdzielone dwoma granicami niskiego kąta BB' oraz CC'. Szacowany kąt wzajemnego obrotu, zarówno bloku I względem III, jak i bloku II względem III, wynosi ok. 1°. Na topogramie widoczne są układy równoległych, krótkich pasm (strzałki, Rys. 42). Dodatkowo, można zauważyć znacznie dłuższe pasma podwyższonego lub obniżonego kontrastu (P₁, P₂, Rys. 42). Drobne pasma kontrastu są równoległe do ramion typu A₁ poszczególnych dendrytów (Rys. 41). Natomiast pasma kontrastu P₁, P₂ odpowiadają zespołom ramion nie tylko równoległych, ale dodatkowo ciągnących się jeden za drugim w jednej linii. Rozmieszczenie zarówno pasemek kontrastu od poszczególnych ramion dendrytów, jak i ich zespołów, nie jest na całym przekroju jednorodne. Krawędzie topogramu charakteryzują się znaczną nieregularnością. Środkowa część (S, Rys. 42) topogramu, a w szczególności jej podobzdar S₁, charakteryzuje się rozmyciem kontrastu, prawdopodobnie na skutek obecnych w tym miejscu odlewów makroskopowych odkształceń.

Porównanie obrazu struktury dendrytycznej zglądu (Rys. 41) z topogramem, który przedstawia rozkład lokalnych zmian orientacji krystalograficznej nie pozwala w prosty sposób znaleźć korelacji między nimi. Jest to spowodowane przez złożony obraz struktury dendrytycznej, który utrudnia jego analizę. Jednak z uwagi na to, że głównie dendryty tworzą kontrast topogramu, oba obrazy muszą mieć pewne cechy wspólne. Analizę znacznie ułatwia przekształcenie obrazu mikrostruktury oraz topogramu z wykorzystaniem obróbki komputerowej.

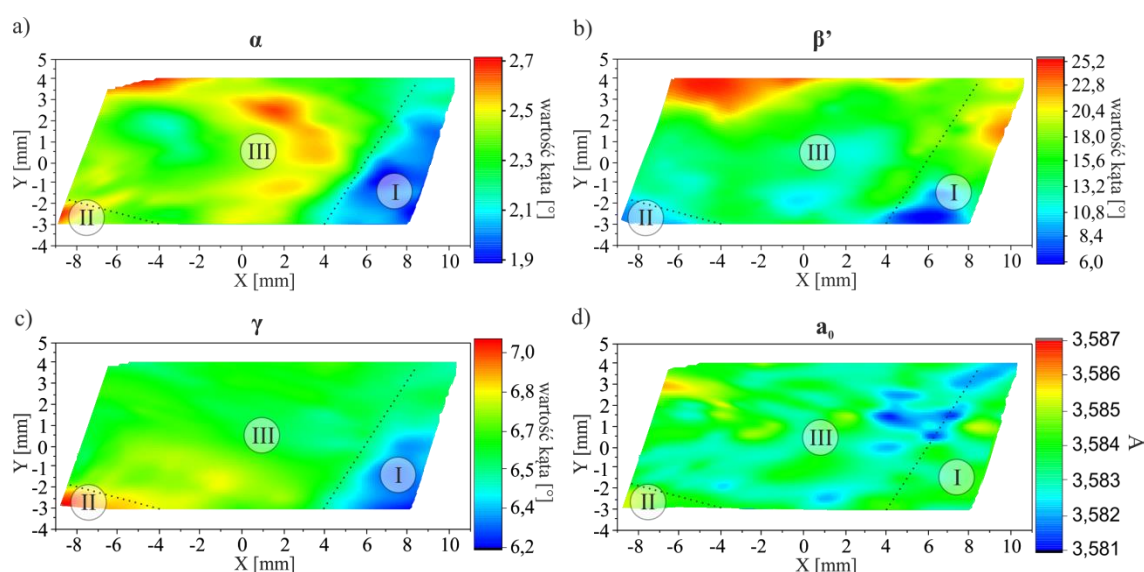
Na rysunku 43 przedstawiono przekształcony obraz mikrostruktury (a) (z wykorzystaniem procedury przedstawionej w rozdziale 5.1.4), który uwidocznia ramiona tylko jednego typu (A_2 , Rys. 41) oraz rozciągnięty wzdłuż osi Y topogram dopasowany do wymiarów zglądu (b). Na przekształconym obrazie ujawniły się miejsca występowania granic nisko-kątowych dobrze widocznych na topogramie oraz obszary bloków I, II i III. Przekształcony obraz ukazuje zaburzenia w rozkładzie ramion. Mniej więcej wzdłuż kierunków występowania granic niskiego kąta (BB' , CC' , Rys. 43) widoczne są pasma krótszych, pofragmentowanych linii ramion dendrytów.



Rys. 43 Przekształcone komputerowo obrazy mikrostruktury dendrytycznej (a) oraz topogramu rozciągniętego wzdłuż osi Y (b) [100].

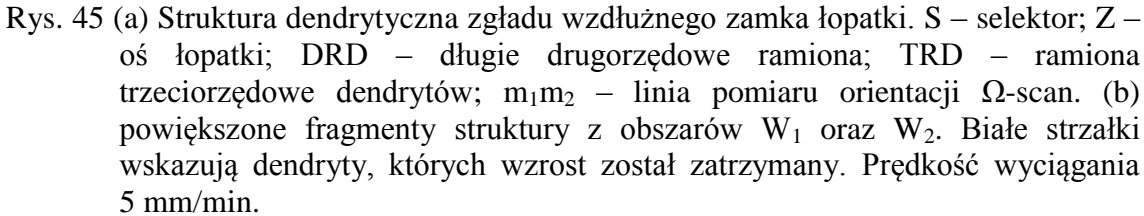
Obrys topogramu przedstawionego na rysunku 42 jest ściśnięty wzdłuż osi Y z uwagi na dystorsję powstającą w wyniku oscylacji kliszy fotograficznej w trakcie jej ekspozycji oraz zastosowania rozbieżnej wiązki promieniowania (patrz rozdział 6). Utrudnia to późniejszą lokalizację granic bloków na zglądzie metalograficznym. Poprzez liniowe odkształcenie topogramu polegające na dopasowaniu go do wymiarów oraz proporcji zglądu (Rys. 43b) możliwe jest określenie lokalizacji defektów orientacji krystalograficznej na powierzchni zglądu. Jednak dokładne określenie wartości kątów dezorientacji możliwe jest wyłącznie używając nieodkształconego topogramu.

Powierzchnie zgładów badano dodatkowo za pomocą mapowania orientacji krystalograficznej autorskim dyfraktometrem firmy EFG opisanym w rozdziale 5.1.3. Typowe mapy składowych α , β' , γ oraz parametru sieci a_0'' otrzymane metodą Ω -scan przedstawiono na rysunku 44. Mapy dezorientacji jednoznacznie potwierdzają występowanie bloków I oraz III. Blok II jest niewidoczny na mapach prawdopodobnie z uwagi na niewielkie rozmiary. Ten fakt wynika z dość dużej średnicy wiązki rentgenowskiej – ok. 1mm, co powoduje nakładanie się dwóch wiązek dyfrakcyjnych. Oprogramowanie dyfraktometru nie pozwala w takim przypadku na jednoznaczne ustalenie orientacji w punkcie pomiaru. Można zauważyć, iż bloki I oraz III są wyraźnie widoczne na mapach składowej α oraz γ . Jedynie te składowe orientacji korespondują z topogramami rentgenowskimi. Mapa parametru sieci a_0'' wykazuje występowanie zaburzeń w parametrze w wielu obszarach próbki. Możemy zauważyć na niej pewne zgrupowanie zaburzeń w obszarze występowania (S, Rys. 42) subziarna III gdzie topogram jest wyraźnie rozmyty.



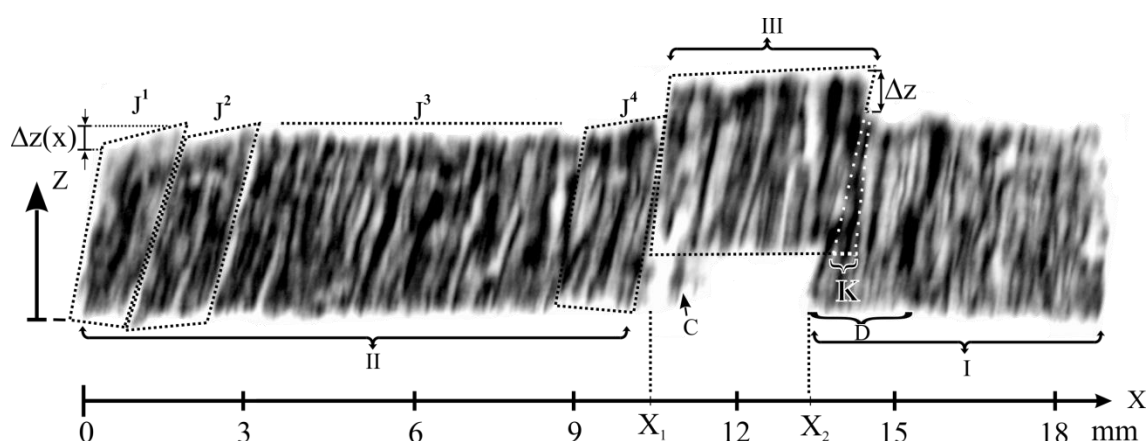
Rys. 44 Mapy składowych orientacji (α , β' , γ) oraz mapa parametru sieci a_0'' otrzymane metodą Ω -scan dla powierzchni zgładu poprzecznego zamka.

Analizę zamka łopatkki turbiny prowadzono również na zgładach wzdłużnych, wyciętych bezpośrednio nad selektorem (płaszczyzna CDN, Rys. 40) [101]. Obraz mikrostruktury zgładu wzdłużnego z analizowanego zamka łopatkki przedstawiono na rysunku 45.



Strukturę uwidocznioną na zglądzie podzielono na trzy sekcje: A, B oraz OS, oznaczone na dole rysunku. Front krystalizacji w procesie kierunkowego krzepnięcia przemieszcza się wzdłuż osi Z. Sekcja OS oznacza obszar połączenia zamka z selektorem, gdzie możemy zaobserwować pierwotne dendryty rosnące bezpośrednio z selektora. Przy przejściu z selektora do zamka, na skutek rozszerzenia frontu krystalizacji, długie drugorzędowe ramiona dendrytów (DRD, Rys. 45) rozrastają się prawie horyzontalnie przez cały obszar zamka. Ramiona te stanowią następnie bazę dla kolejnych, trzeciorzędowych ramion (TRD). Do sekcji A należą dendryty trzeciorzędowe wyrastające z długiego drugorzędowego ramienia (DRD, Rys. 45) odchodzącego od selektora w lewo. Do sekcji B należą dendryty rosnące od selektora po prawej stronie. Mierząc nachylenie rdzeni dendrytów do osi Z, wykazano, iż nachylenie dendrytów należących do sekcji A oraz OS wynosi odpowiednio $\delta_A = 2,8^\circ$, $\delta_{OS} = 3,0^\circ$, natomiast dendrytów należących do sekcji B wynosi $\delta_B = 2,2^\circ$. Dodatkowo, na obrazie mikrostruktury w dolnej części zamka w obszarze WK (Rys. 45) zaobserwowano pewną liczbę krótkich dendrytów, których wzrost został zatrzymany przez drugorzędowe ramiona sąsiednich dendrytów (Rys. 45b). Zjawisko to jest charakterystyczne dla wzrostu konkurencyjnego zachodzącego najczęściej w bloku startowym poniżej selektora (patrz. Rys. 4, 6) [18]. Na obrazie struktury dendrytycznej zaobserwowano specyficzny obszar D (Rys. 45, prawy dolny róg), w którym od drugorzędowego ramienia rosną w kierunku zbliżonym do osi Z drobne dendryty. Dendryty te zanikają wskutek wzrostu konkurencyjnego powyżej linii RF.

Na rysunku 46 przedstawiono topogram rentgenowski otrzymany z tej samej powierzchni zglądu, którego struktura dendrytyczna została zaprezentowana na rysunku 45.

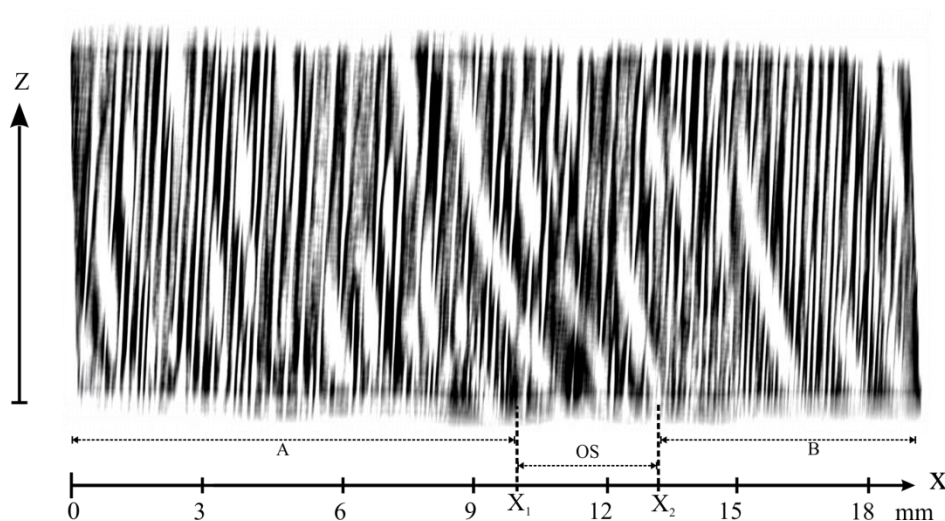


Rys. 46 Topogram rentgenowski zglądu wzdłużnego o strukturze dendrytycznej przedstawionej na rysunku 45. Refleks 113, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$. Prędkość wyciągania 5 mm/min.

Na topogramie można wyróżnić trzy obszary: I, II oraz III odpowiadające trzem blokom mozaiki uwidocznionej na topogramie przekroju poprzecznego (Rys. 42). Wszystkie obszary składają się z równoległych pasm odpowiadających prawdopodobnie poszczególnym rdzeniom dendrytów (w przypadku cienkich pasm) bądź kilku dendrytom. W obszarze III dendryty mają w przybliżeniu tę samą orientację krystalograficzną, gdyż każdy z nich tworzy na topogramie monolityczny blok trudny do wizualnego podzielenia na mniejsze obszary, a przesunięcia obrazów dendrytów wzdłuż osi Z mają charakter statystyczny. W obszarze I sytuacja jest podobna za wyjątkiem części D. Według analogii do stricte monokryształów obszary I oraz III będziemy nazywać blokami (subgrains). W przypadku obszaru II na topogramie można wyodrębnić cztery wewnętrzne podobszary: J^1 , J^2 , J^3 , J^4 . Dezorientacja kątowa bloku I względem bloku III obliczona na podstawie przesunięcia Δz (Rys. 46) wynosi ok. 1° . Również wzdłuż osi X możemy zauważyć przesunięcie bloku I względem III, jednak z powodu nałożenia się obrazów tych bloków (obszar K) dokładne oszacowanie tej składowej dezorientacji z topogramu jest utrudnione. Podobszary J^1 , J^2 znajdujące się w pobliżu ścianki formy oraz podobszar J^4 znajdujący się w pobliżu bloku III, charakteryzują się ciągłą, wzdłuż osi X, zmianą wartości Δz . Zależność $\Delta z(X)$ jest monotoniczna. Środkowa część obszaru II, oznaczona J^3 , nie wykazuje podobnej zmiany. Dodatkowo na topogramie wyróżniono specyficzne obszary: D – obszar

odpowiadający występowaniu drobniejszych pasm kontrastu pochodzących od ramion dendrytów oraz C, czyli obszar dużej lokalnej dezorientacji prawdopodobnie pojedynczego dendrytu w bloku III. Widoczne na topogramie pasma kontrastu nie są idealnie proste i nie są równoległe do osi Z. Sugeruje to, że dendryty posiadają dezorientację wokół kierunku wzrostu.

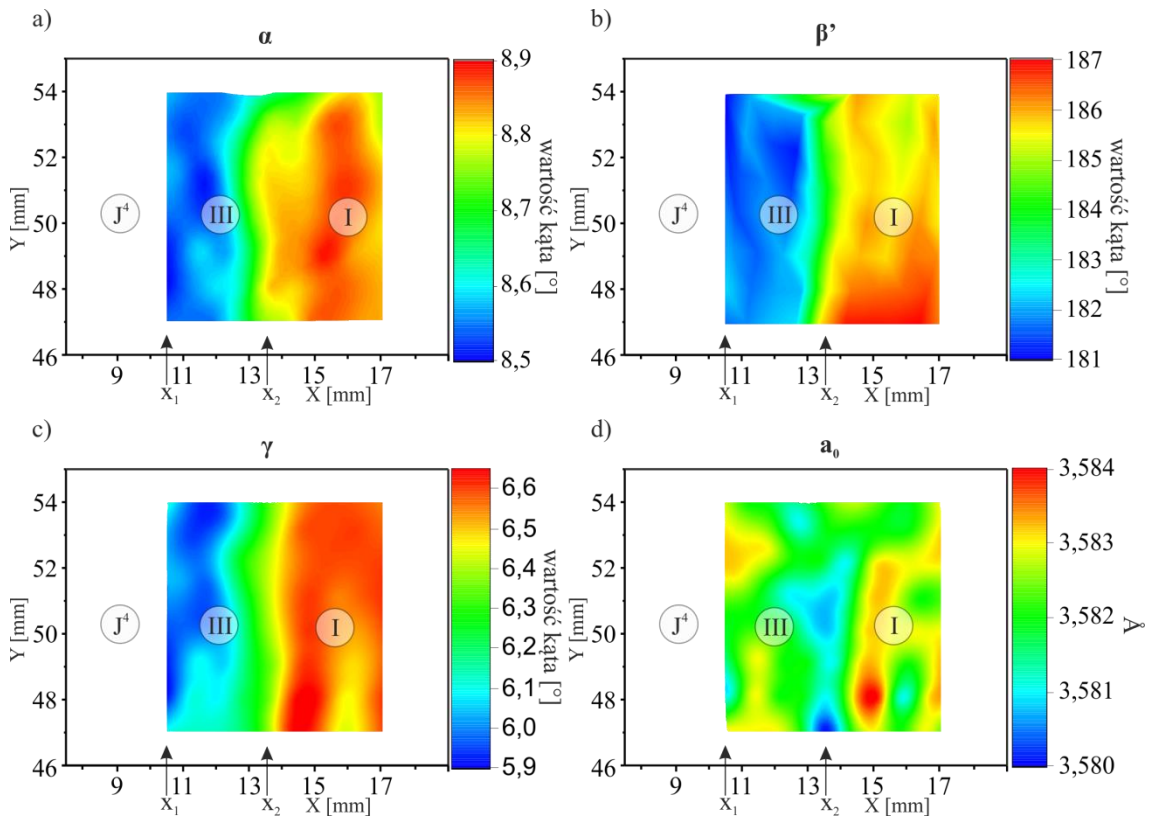
Podobnie, jak w przypadku zglądów poprzecznych, obrazy mikrostruktury dendrytycznej poddano obróbce komputerowej w celu ujawnienia jej szczegółów związanych z granicami bloków. Niestety przeprowadzenie obróbki komputerowej obrazu mikrostruktury nie uwidoczniło granic bloków, jak miało to miejsce w przypadku zglądów poprzecznych. Przetworzony obraz mikrostruktury przedstawiono na rysunku 47. Na przetworzonym obrazie można zauważyć jedynie charakterystyczne, pochylone białe pasma, które wyznaczają miejsca dużej gęstości drobnych ramion drugiego rzędu równoległych do osi X, widoczne również na nieprzetworzonym obrazie mikrostruktury.



Rys. 47 Przekształcony obraz mikrostruktury zglądu wzdłużnego.

Na rysunku 48 przedstawiono mapy składowych orientacji oraz parametru sieci z fragmentu powierzchni zglądu zawartego w przedziale wartości x ($x \in \{9; 17\}$ mm) oznaczonego punktami m_1 i m_2 (Rys. 45a). Fragment ukazuje obszar granic niskiego

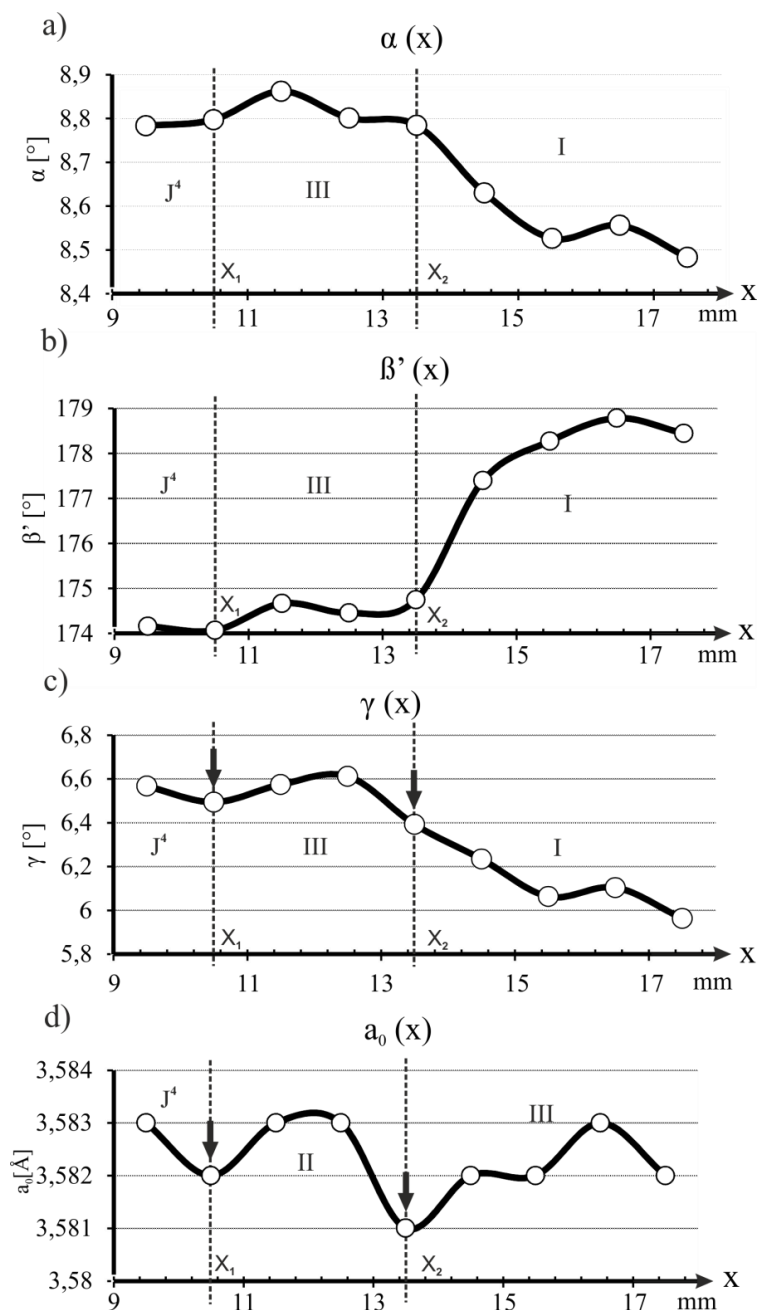
kąta pomiędzy blokami I i III oraz J^4 i III. Możemy zauważyć, iż bloki są skręcone względem siebie we wszystkich składowych dezorientacji α , β' oraz γ . Sumarycznie obrót ten koresponduje z obserwowanym na topogramie i wynosi ok. 1° dla składowych α , γ oraz ok. 5° w przypadku składowej β' . Mapa parametru sieci wykazuje zaburzenie w obszarze granicy pomiędzy blokami III oraz I.



Rys. 48 Mapy składowych orientacji (α , β' , γ) oraz mapa parametru sieci a_0'' otrzymane metodą Ω -scan dla powierzchni zglądu wzdłużnego zamka.

W celu szczegółowej analizy dezorientacji metodą Ω -scan wyznaczono wykresy przebiegu liniowego składowych $\alpha(X)$, $\beta'(X)$, $\gamma(X)$ oraz parametru sieci $a_\gamma(X)$. Wykresy te z pomiaru na odcinku m_1m_2 (Rys. 45a) przedstawiono na rysunku 49. Na wykresach można zaobserwować, iż skokowa zmiana dezorientacji jest znacznie większa pomiędzy blokami I oraz III, niż J^4 oraz III. Na wykresach wyraźniej obrazuje się również zmiana parametru sieci w obszarze występowania granic niskiego kąta.

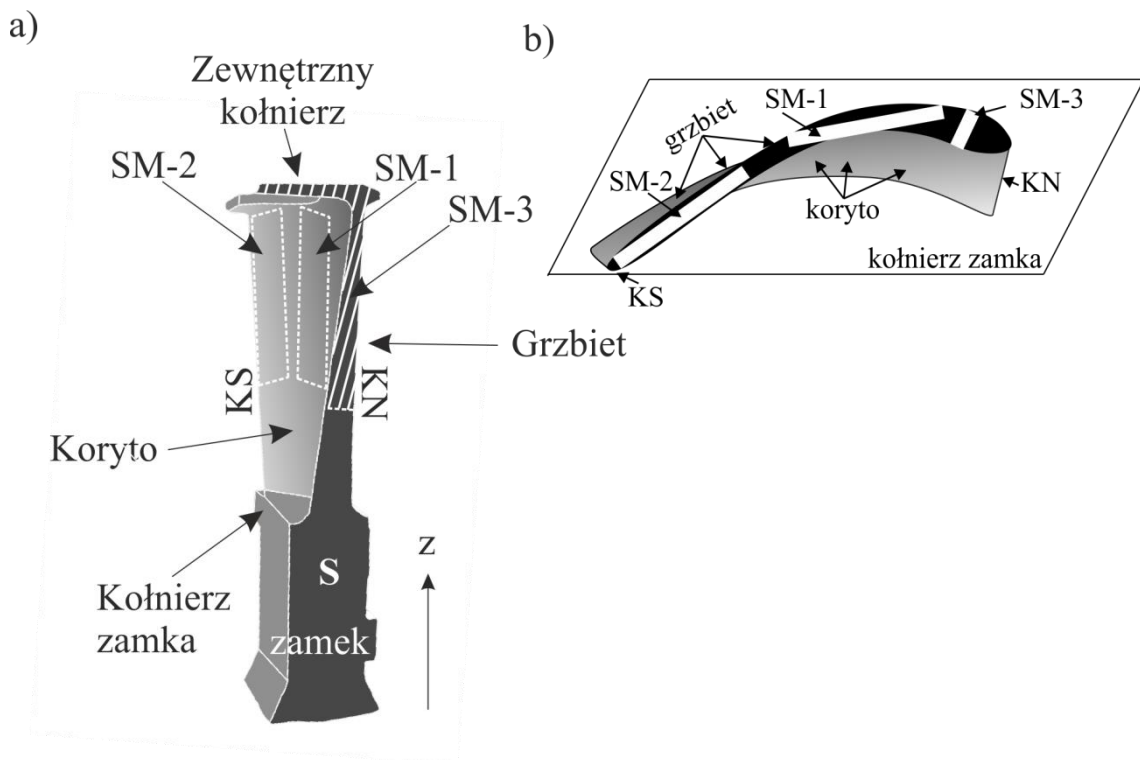
Przeciętny błąd pomiaru metody w przypadku składowych orientacji jest na poziomie $0,01^\circ$. Błąd wyznaczania parametru sieci jest trudny do oszacowania, jednak można zauważyć, iż zmiany które zostały zilustrowane, dla jednej wartości osi Z, na wykresie 49d mają podobny charakter dla różnych wartości Z.



Rys. 49 Zmiany składowych orientacji α , β' , γ (a, b, c) oraz parametru sieci a_0 (d) wzdłuż linii m_1m_2 (Rys. 45a). X_1 oraz X_2 – współrzędne granic nisko-kątowych.

7.2 Analiza zglądów pióra łopatek

W celu analizy pióra łopatki wycięto trzy próbki oznaczone na schemacie przedstawionym na rysunku 50 jako SM-1, SM-2 oraz SM-3.

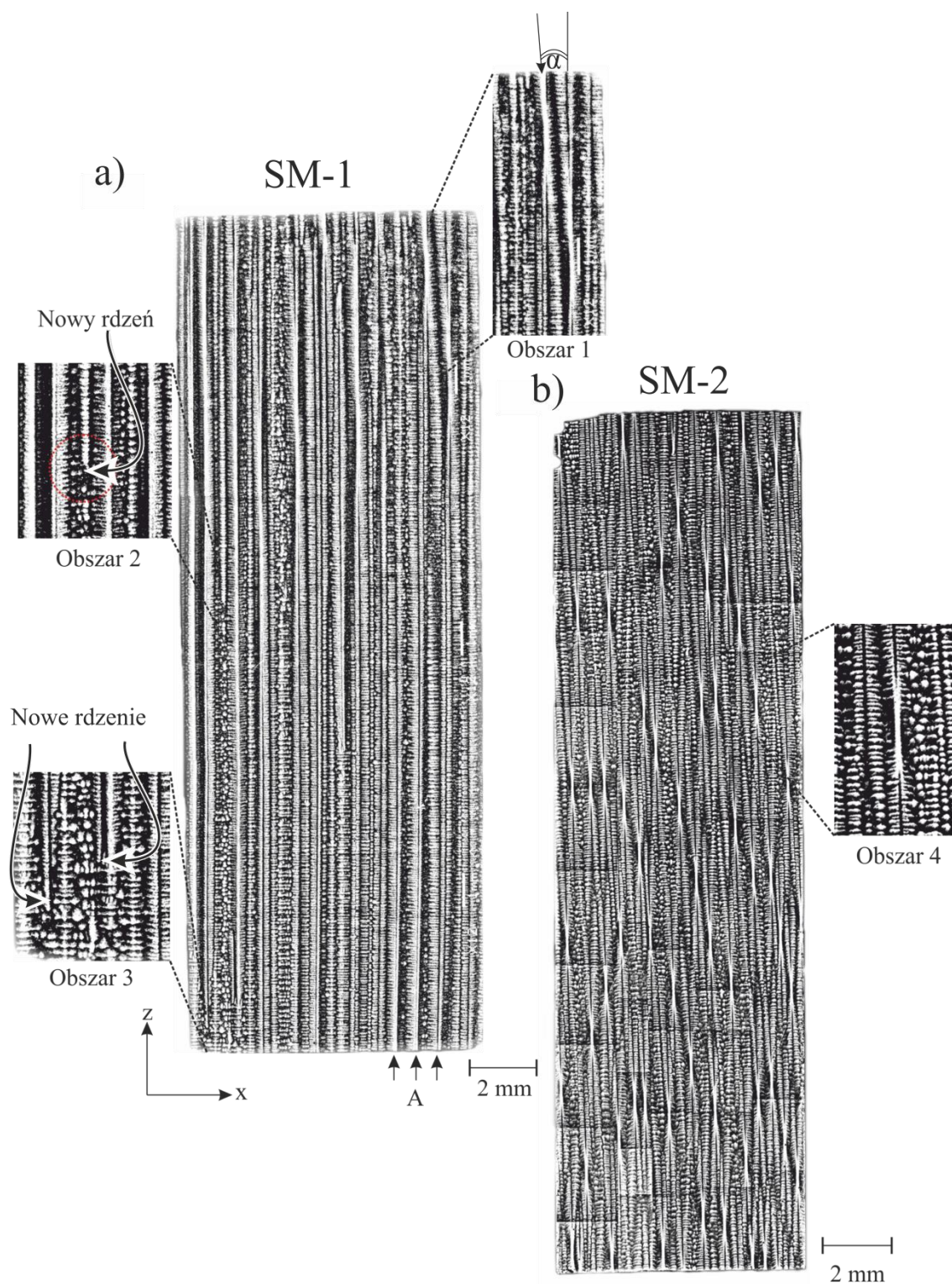


Rys. 50 Schemat przedstawiający miejsca wycięcia próbek z pióra łopatek silnika w rzucie izometrycznym (a) oraz równoległym do osi Z na płaszczyznę kołnierza zamka (b). S – pł głównego cięcia; KS – krawędź spływu pióra; KN – krawędź natarcia pióra.

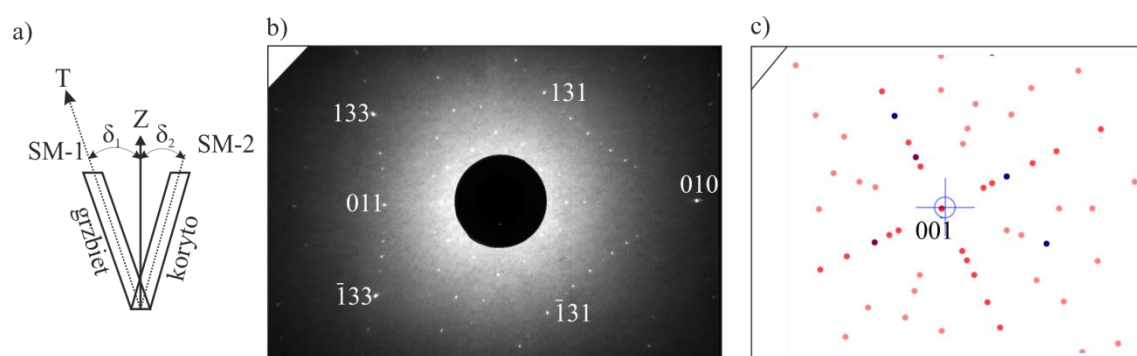
Z uwagi na geometrię pióra łopatki, którą można opisać poprzez prawoskrętny obrót płaszczyzn go ograniczających, płaskie próbki możliwe były do wycięcia jedynie z ograniczonych obszarów w pobliżu krawędzi natarcia KN (SM-1) oraz krawędzi spływu KS (SM-2). Próbką SM-2 charakteryzowała najcieńszą część pióra, która najczęściej ulega uszkodzeniu w trakcie eksploatacji. Próbką SM-3 wycinana była z najgrubszej części pióra łopatki wraz z zewnętrznym kołnierzem, tzw. bandażem łopatki.

Na rysunku 51 przedstawiono przykładowe obrazy struktury dendrytycznej próbek SM-1 oraz SM-2 wyciętych z pióra łopatki. Na obrazie mikrostruktury próbki SM-1 (Rys. 51a) można zauważyć proste, długie rdzenie dendrytów, biegnące równolegle do płaszczyzny wykonanego zglądu. Wynika to z wycięcia próbki dokładnie wzdłuż płaszczyzny wzrostu dendrytów. Oznacza to, iż nachylenie kierunku wzrostu dendrytów było zgodne z nachyleniem płaszczyzny próbki SM-1. Na obrazie mikrostruktury, w pobliżu końca pióra, widoczne były zaburzenia w postaci wygięcia rdzeni pojedynczych dendrytów o kąt ok. 5° (obszar 1, kąt α , Rys. 51a). W innych obszarach obserwowano szczegóły innego typu - pojawił się nowy rdzeń dendrytu w obszarze 2 oraz kilka rdzeni w obszarze 3 (Rys. 51a).

Próbka typu SM-2 wykazywała inną morfologię, związaną z innym ułożeniem ramion dendrytów względem płaszczyzny próbki. Na obrazie mikrostruktury możemy zauważyć charakterystyczne klepsydry (obszar 4, Rys. 51b). Świadczy to o nachyleniu rdzeni dendrytów względem płaszczyzny zglądu. Różnica w nachyleniu ramion względem płaszczyzn zglądu w próbkach typu SM-1 i SM-2 była spowodowana geometrią pióra łopatki. W pobliżu krawędzi spływu, płaszczyzna pióra wykazuje odchylenie od osi Z w kierunku koryta łopatki (Rys. 50b). Płaszczyzna próbki SM-1 wyciętej bliżej krawędzi natarcia wykazuje odchylenie w kierunku grzbietu łopatki. Odchylenie płaszczyzn zglądów względem osi Z łopatki widziane od strony krawędzi spływu przedstawia rysunek 52a. Kąt odchylenia płaszczyzny próbki SM-1 wynosi $\delta_1 = 5^\circ$, natomiast kąt odchylenia płaszczyzny próbki SM-2 wynosił ok. $\delta_2 = 7^\circ$. Na schemacie zaznaczono również oś wzrostu dendrytów - T (odpowiadający kierunkowi [001]) która leżała w płaszczyźnie próbki SM-1. Można zauważyć, iż odchylenie płaszczyzny zglądu SM-2 od osi dendrytów wynosiło 12° . Dodatkowo, na rysunku przedstawiono lauegram z powierzchni zglądu próbki SM-1 wyindeksowany programem Qlaue. Rysunek 52c przedstawia orientację próbki SM-1 wyznaczoną programem Qlaue po obrocie o 90° względem osi X. Wyznaczona orientacja kierunku [001] znajduje się praktycznie w płaszczyźnie zglądu próbki, co potwierdza ułożenie ramion dendrytów w osi próbki.

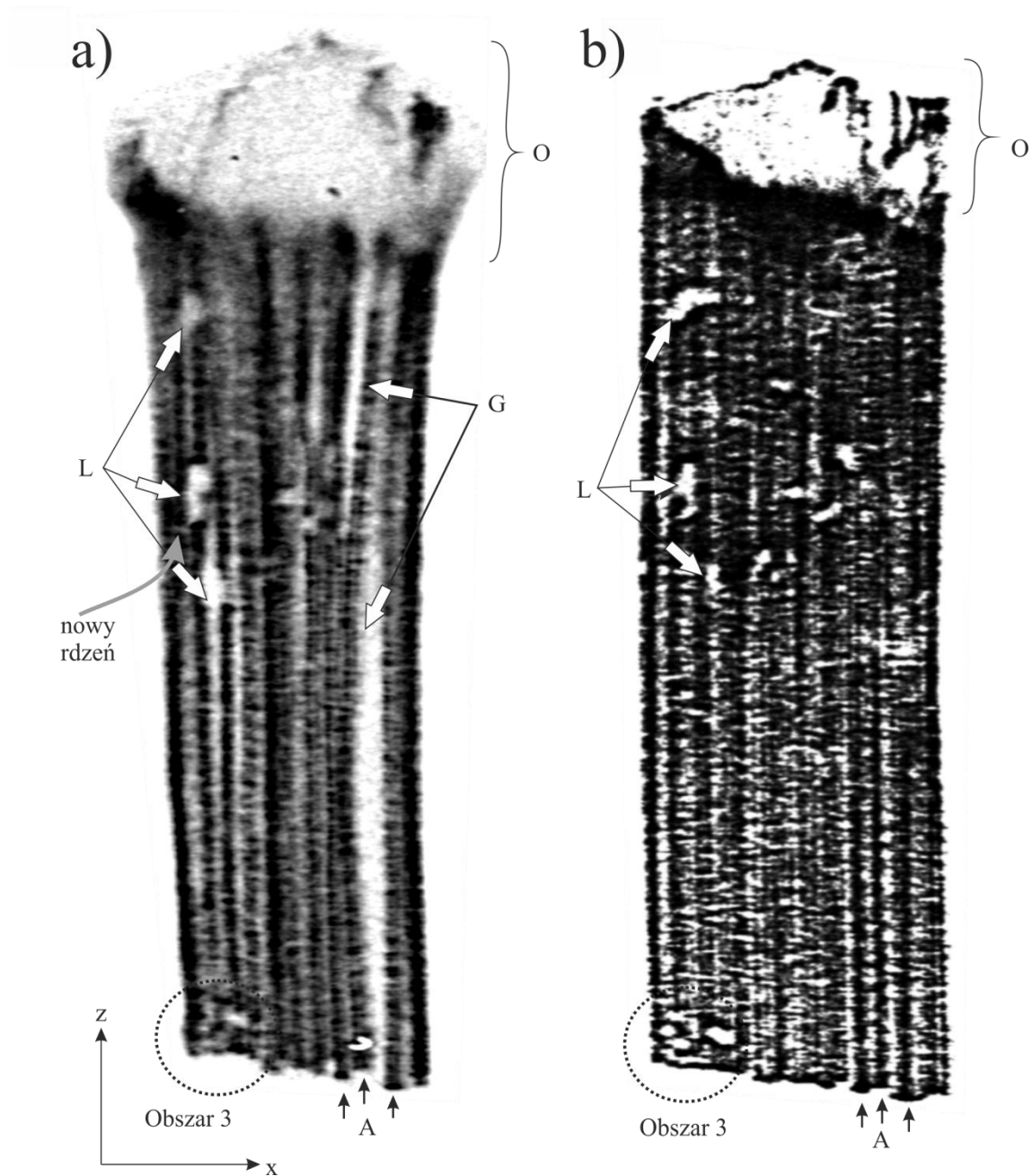


Rys. 51 Obrazy mikrostruktury (makro SEM - technika BSE) próbek SM-1 (a) oraz SM-2 (b), uzyskane poprzez złożenie kilkudziesięciu mniejszych fragmentów.



Rys. 52 Schemat odchylenia powierzchni zglądów od osi Z, o kąty $\delta_1 = 5^\circ$ oraz $\delta_2 = 7^\circ$, próbek SM-1 oraz SM-2 (a), luergram z powierzchni próbki SM-1 (b) oraz lauegram obrócony o 90° (c).

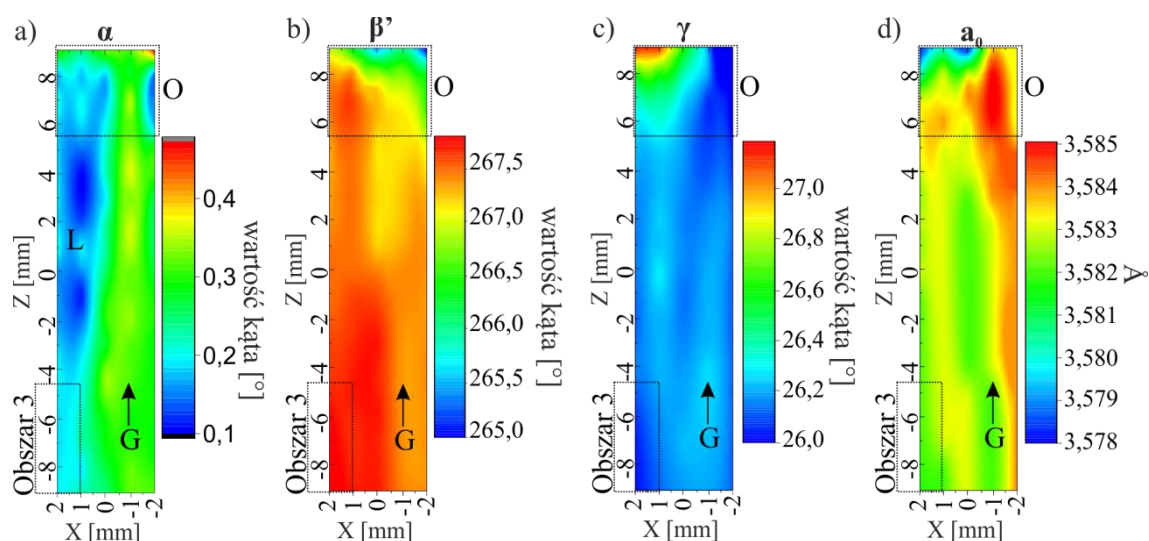
Na rysunku 53 przedstawiono topogramy rentgenowskie próbki SM-1 wykonane z wykorzystaniem refleksu 022. Topogramy wykonano z kliszą oscylującą (Rys. 53a) oraz nieruchomą (Rys. 53b). Widoczne na topogramach długie pasma kontrastu, równoległe do osi Z, odpowiadają występującym na obrazie mikrostruktury poszczególnym rdzeniom dendrytów. Potwierdza to porównanie grupy trzech dendrytów A, widocznych na rysunku 51a, oraz odpowiadającym im pasmom kontrastu na rysunku 53a oraz 53b. Obszar 3 oznaczony na mikrostrukturze (Rys. 51a), uwidacznia się na topogramach jako miejsce rozmycia kontrastu (Rys. 53, obszar 3). Widoczne na topogramach dodatkowe, lokalne defekty orientacyjne, oznaczone jako L nie są wyraźnie widoczne na obrazie mikrostruktury dendrytycznej. Obszar O występującego odkształcenia makroskopowego, przy końcu pióra łopatki, odpowiada zaburzeniom wzrostu dendrytycznego zaobserwowanym na mikrostrukturze w obszarze 1 (Rys. 51a). Wzrost dodatkowego rdzenia dendrytu widoczny na mikrostrukturze w obszarze 2 uwidocznił się jedynie na topogramie z oscylującą kliszą (Rys. 53, nowy rdzeń). Dodatkowo na topogramach z oscylującą kliszą uwidoczniły się granice niskiego kąta oznaczone jako G (obszary braku lub znacznego obniżenia kontrastu).



Rys. 53 Topogramy rentgenowskie próbki SM-1 uzyskane z oscylującą (a) oraz z nieruchomą kliszą (b). Refleks 022, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$.

Dla próbek SM-1 oraz SM-2 wykonano dodatkowo mapy orientacji z wykorzystaniem metody Ω -scan. Na mapach próbki SM-1 widać, iż wszystkie dezorientacje nie przekraczały $0,5^\circ$, z wyjątkiem odkształconej górnej części pióra O.

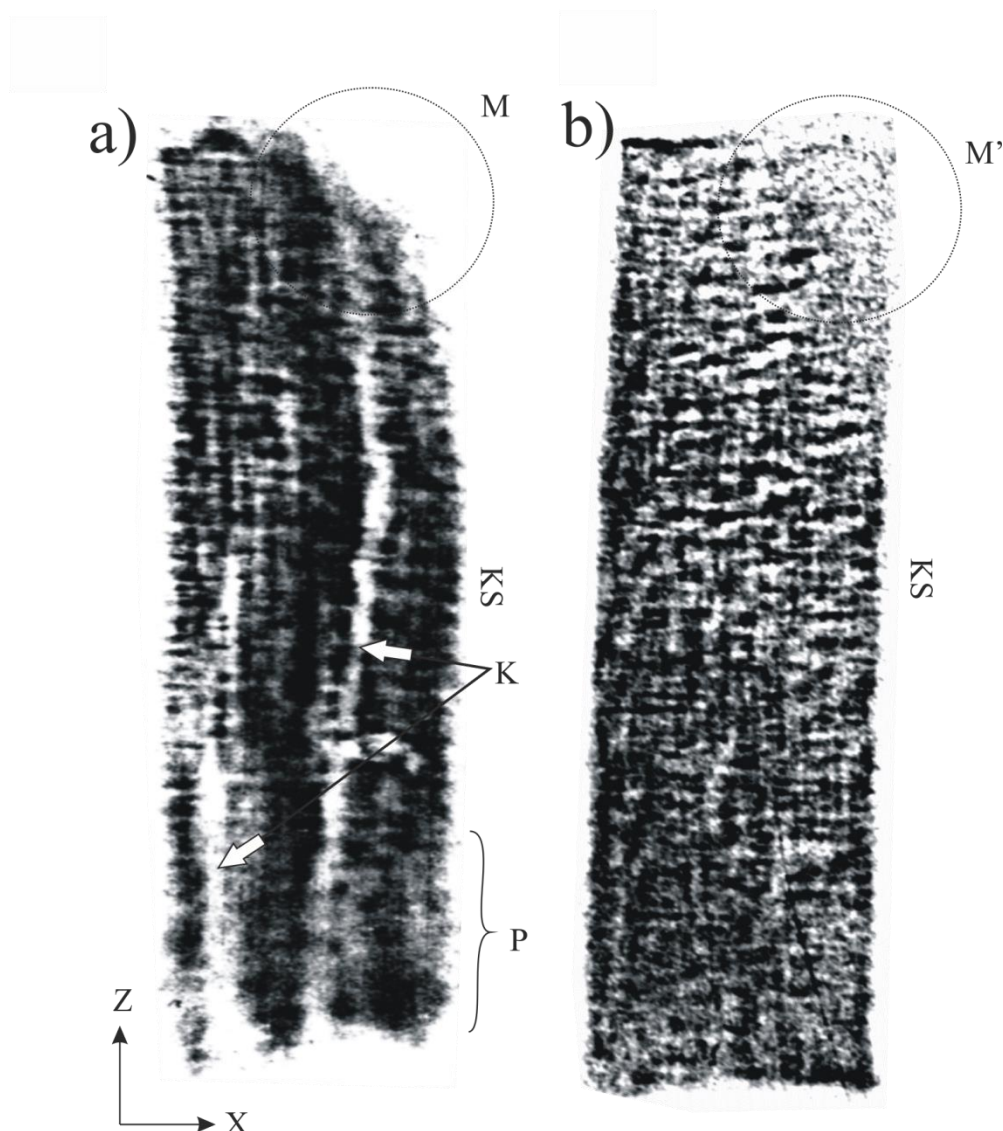
Mapy wykazują pasmowy, wyciągnięty w kierunku osi Z charakter zmian orientacji, pomiędzy rdzeniami dendrytów. Jednak, bezpośrednie odniesienie zmian orientacji widocznej na mapach do wyników topografii przy tak małych wymiarach bloków mozaiki, rzędu kilku dendrytów (około 0,5 mm), jest niemożliwe z uwagi na zdolność rozdzielczą metody Ω -scan. Pasmowy charakter wykazuje również otrzymana mapa parametru sieci fazy γ' , co potwierdzają jego zmiany w pobliżu występowania granic niskiego kąta G (Rys. 54d, Rys. 53a).



Rys. 54 Mapy składowych orientacji α , β' , γ oraz mapa parametru $a_0^{\gamma'}$ sieci otrzymane metodą Ω -scan z próbki SM-1.

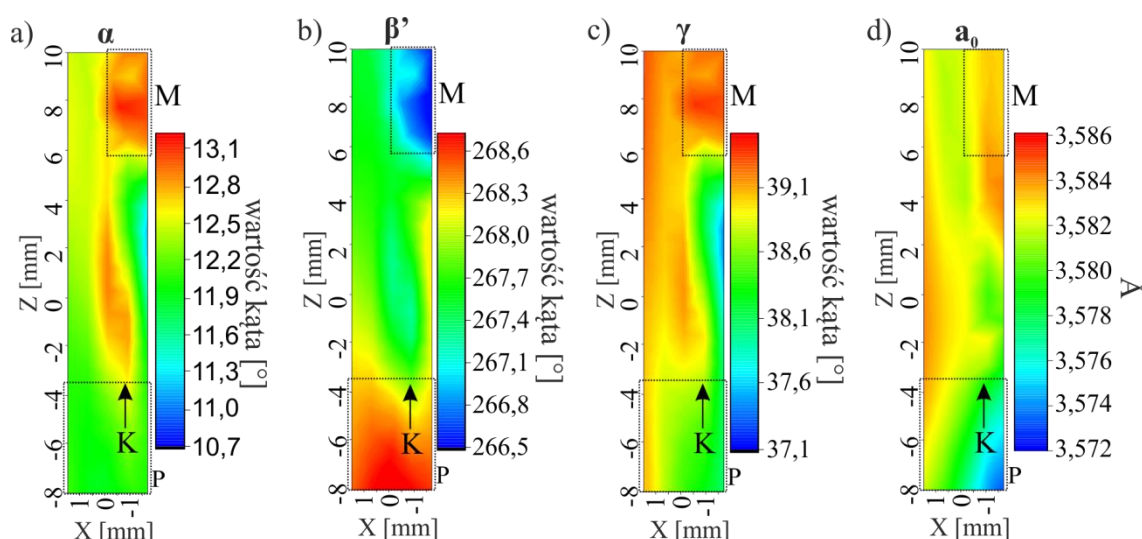
Topogramy rentgenowskie otrzymane z próbki SM-2 dla refleksu 022, z oscylującą oraz nieruchomą kliszą, przedstawiono na rysunku 55. W przypadku topogramu z oscylującą kliszą widać nieregularne („poszarpane”) pasma kontrastu układające się wzdłuż osi Z i rozciągające się na większą część próbki. Jednak na topogramie z nieruchomym filmem pasma te nie są widoczne. Topogram z nieruchomą kliszą wykazuje jedynie krótkie, „poszarpane” pasma kontrastu. Dodatkowo na obydwóch topogramach z rysunku 55 widoczne są drobne pasma w przybliżeniu równoległe do osi X topogramu. Wyraźnie widoczne są również obszary braku kontrastu w pobliżu końca pióra oznaczone jako M (Rys. 55a) oraz obniżenia kontrastu M' (Rys. 55b), jak również rozmycie kontrastu w obszarze P (Rys. 55a). Na topogramie z oscylującym filmem (Rys. 55a) widać wyraźnie dwie granice niskiego kąta,

oznaczone literą K. Jedna z nich przebiega przez całą długość próbki, jednak jej przebieg nie jest równoległy do osi Z, jak to miało miejsce w przypadku próbki SM-1. Uwidoczniona na topogramach struktura dezorientacji próbki SM-2 ma inny charakter, który może odzwierciedlać większe zdefektowanie. Zdefektowanie struktury obserwowane na topogramach nie może być w prosty sposób powiązane ze strukturą dendrytyczną, przedstawioną na rysunku 51b. Również w tym przypadku granice niskiego kąta (K, Rys. 55a) oraz inne lokalne defekty orientacji uwidoczniły się dopiero na topogramie z oscylującym filmem.



Rys. 55 Topogramy rentgenowskie próbki SM-2 uzyskane z oscylującą (a) oraz z nieruchomą kliszą (b). Refleks 022, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$.

Mapowanie orientacji próbki SM-2 wykonano w tej samej geometrii, jak dla próbki SM-1 (Rys. 56). Również w tym przypadku widać kilka pasm zmian orientacji w przybliżeniu równoległych do osi Z, czyli wzrostu dendrytów. Jest to spowodowane występowaniem granicy niskiego kąta (K, Rys. 55a) biegnącej przez całą długość próbki. Jednak zarówno topogram, jaki i mapy potwierdzają, że granica nie przebiega wzdłuż linii prostej. Na mapach składowej orientacji β' uwidocznili się wyraźnie obszar P. Natomiast obszar M można zauważyć na mapach wszystkich składowych. Zakresy kątowe zmian na składowych orientacji w przypadku próbki SM-2 wynoszą: α ok. 2° , β' ok. 3° oraz γ ok. $1,5^\circ$. Zmiany te są zatem wyraźnie większe dla próbki wyciętej bliżej krawędzi spływu łopatki.

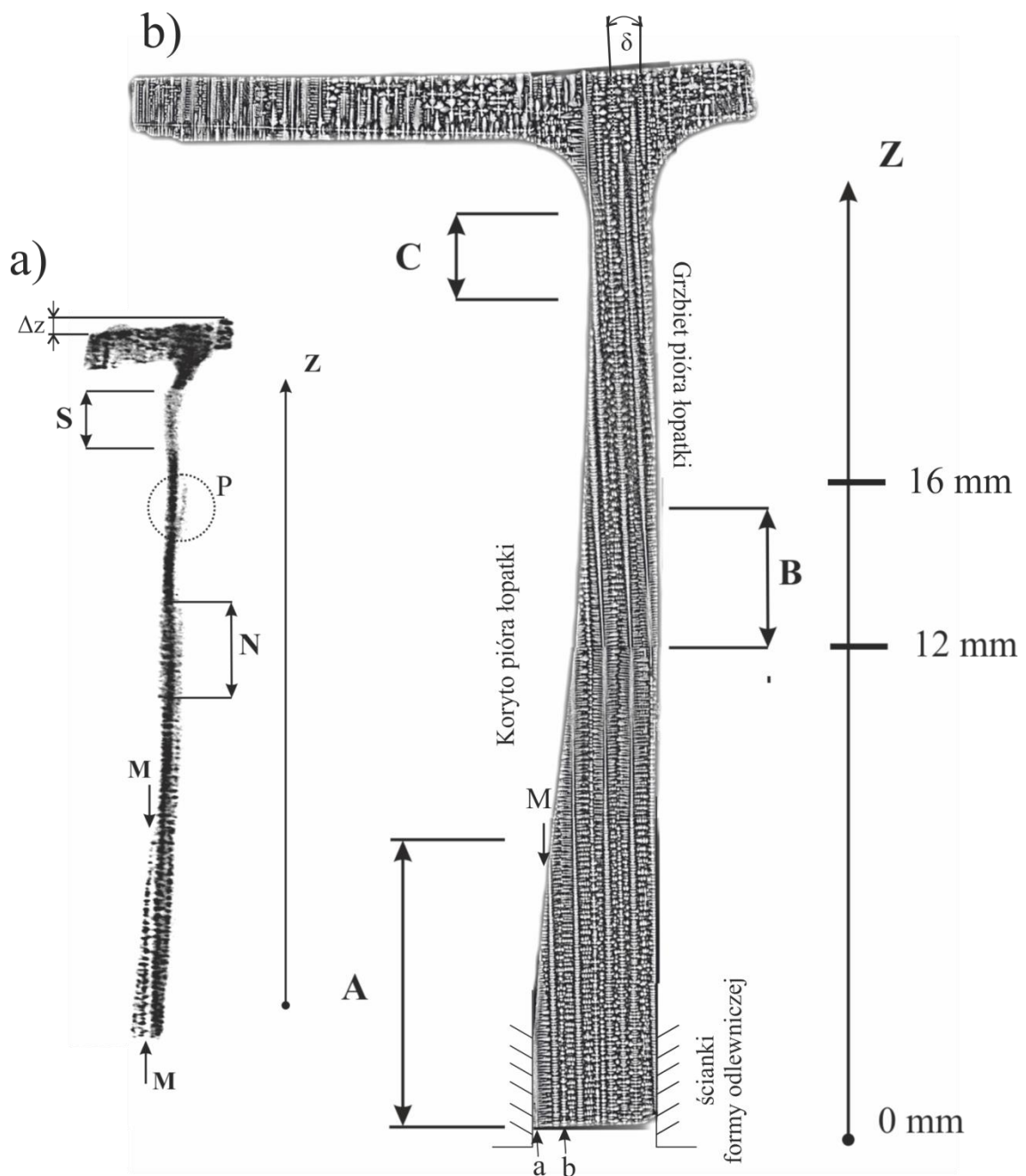


Rys. 56 Mapy składowych orientacji α , β' , γ oraz mapa parametru a_0'' sieci otrzymane metodą Ω -scan z próbki SM-2.

Powyższą procedurę badawczą powtórzono dla próbki SM-3. Topogram rentgenowski refleksu 002 otrzymany z oscylującą kliszą oraz obraz mikrostruktury przedstawiono na rysunku 57. Topogram rentgenowski uwidocznili granicę niskiego kąta oznaczoną jako MM', która kończy się w punkcie M na ścianie odlewu. W obszarze N na topogramie widać poszerzenie i rozmycie kontrastu, obszar S natomiast charakteryzuje się rozmyciem i obniżeniem kontrastu. W obszarze oznaczonym jako P zaobserwowano odchylone pasmo, prawdopodobnie pojedynczego

dendrytu, o zmienionej w stosunku do pozostałych orientacji. Dodatkowo obraz zewnętrznego kołnierza jest na topogramie przesunięty o ΔZ , co świadczy o jego dezorientacji w osi prostopadłej do osi wzrostu.

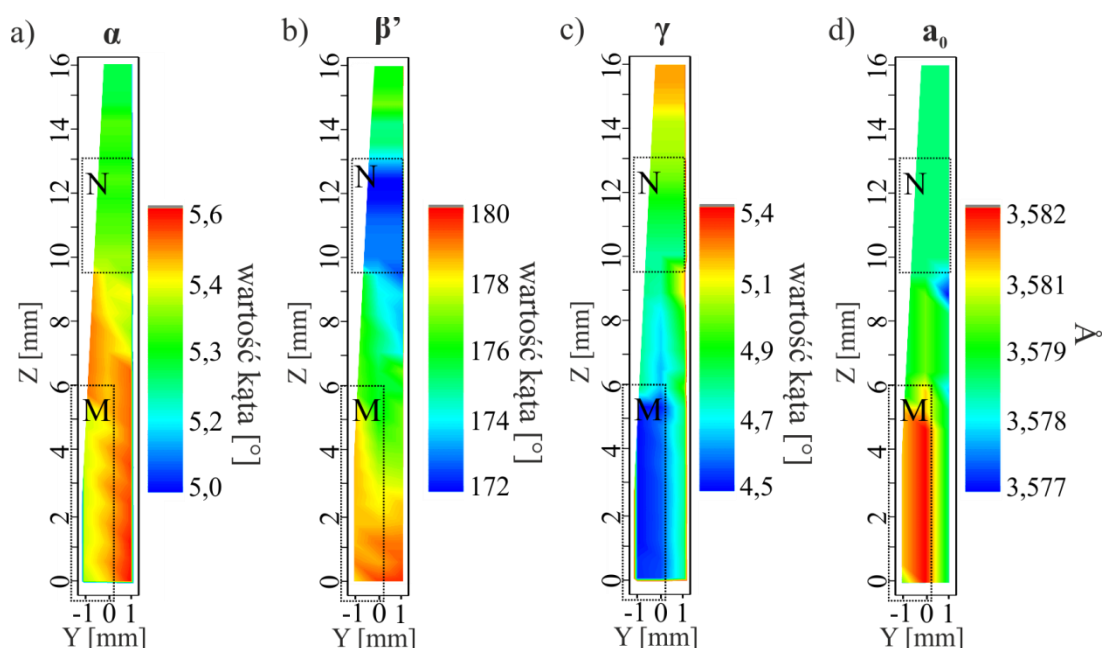
Mikrostruktura przekroju pióra wykazała występowanie długich pasm rdzeni dendrytów na całej długości zglądu. W zewnętrznym kołnierzu łopatki, krystalizacja następuje w sposób bardzo podobny do krystalizacji połączenia selektor-zamek (patrz. str. 80). Proces ten wiąże się ze wzrostem długich drugorzędowych ramion prostopadle do kierunku Z (Rys. 45a). Na rysunku 57b zaznaczono literami A, B, C obszary mikrostruktury w których ułożenie dendrytów mogło wyjaśnić lokalne zmiany kontrastu na topogramie. Można zauważyć, iż w początkowym obszarze próbki (A) rdzenie dendrytów były ułożone wzdłuż ścianek formy odlewniczej. Widać, że w punkcie M następuje zablokowanie (dendryt b, Rys. 57b) oraz wygięcie (dendryt a, Rys. 57b) dendrytów przez ściankę formy. W obszarze B, dendryty uległy wygięciu, kierunek ich wzrostu uległ zmianie. Obszar ten charakteryzuje się na topogramie widocznym poszerzeniem kontrastu (N, Rys. 57a). Dendryty w końcowym fragmencie pióra (C, Rys. 58) uległy odchyleniu o kąt $\delta = 4^\circ$, względem głównej osi łopatki, co na topogramie uwidoczniło się jako obszar o obniżonym dyfuzyjnym kontraście S (Rys. 57a).



Rys. 57 Topogram rentgenowski próbki SM-3 z oscylującą kliszą (a), refleks 002, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$ oraz jej mikrostruktura (b).

Mapowanie orientacji było możliwe jedynie w początkowym fragmencie próbki pióra łopatkki z uwagi na występujące w dalszej części odkształcenie uniemożliwiające precyzyjne określenie orientacji. Otrzymane mapy składowych orientacji oraz

parametru sieci (dla wartości Z od 0 do 16 mm, Rys. 57b) przedstawiono na rysunku 58. Potwierdzono występowanie granicy niskiego kąta M o dezorientacji ok. $0,5^\circ$. Na mapie rozkładu parametru sieci widoczna jest zmiana parametru w obszarze występowania granicy. Mapa składowej orientacji w kącie β' uwidoczniała dezorientację, wynoszącą ok. 4° , widoczną w obszarze N na topogramie (Rys. 57a), bądź jako wygięcie dendrytów na mikrostrukturze (obszar B , Rys. 57b).

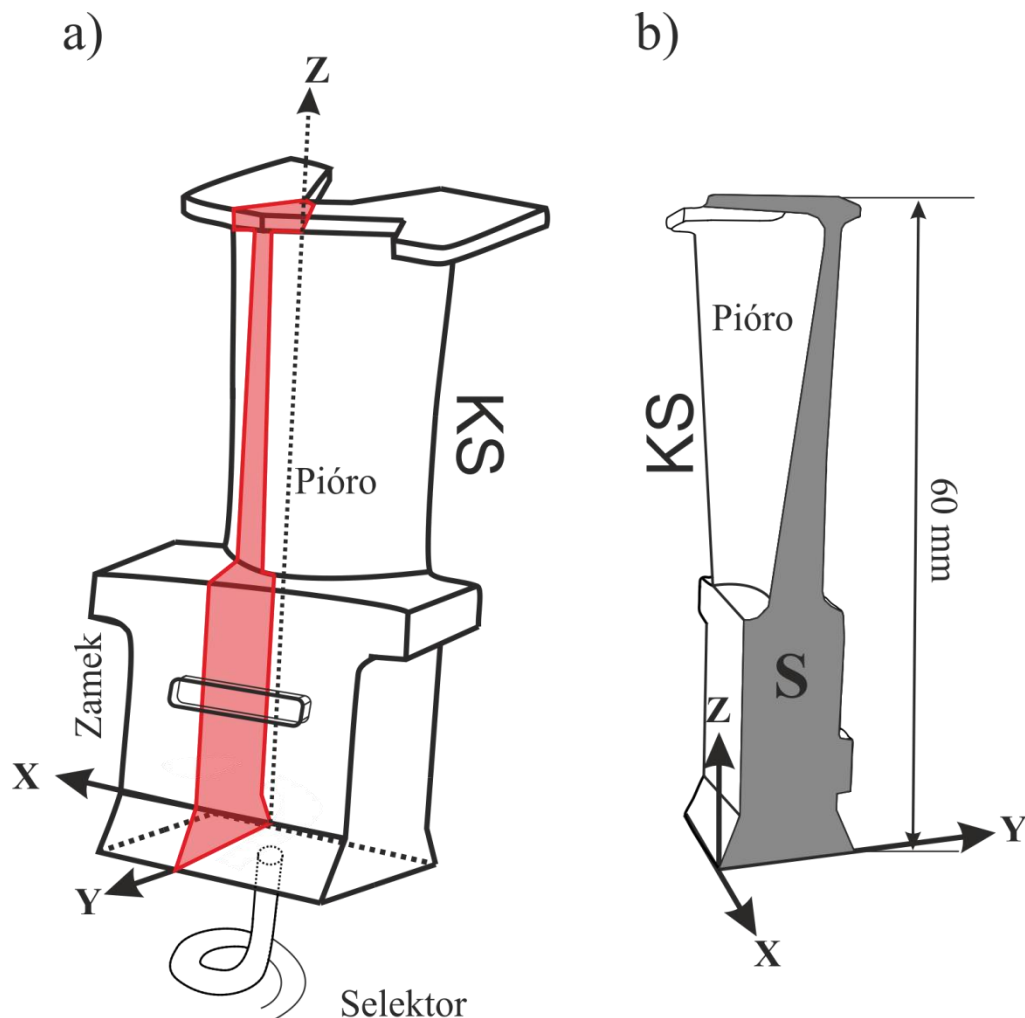


Rys. 58 Mapy składowych orientacji α , β' , γ oraz mapa parametru sieci a_0'' otrzymane metodą Ω -scan z próbki SM-3.

Wykonane zglądy pióra oraz zamka, z uwagi na geometrię łopatki, posiadały różną orientację wektora dyfrakcji względem badanych powierzchni. Powierzchnie tych zglądów nie były do siebie równoległe. Utrudnia to bezpośrednie porównanie doskonałości strukturalnej tych elementów metodami dyfrakcyjnymi. W celu bezpośredniego porównania pióra oraz zamka łopatki należało wykonać wzdłużne zglądy metalograficzne całych łopatek zawierające zarówno zamek jak i pióro. W tym przypadku na jednym topogramie oraz jednym obrazie makro SEM mogą ujawnić się defekty, których warunki dyfrakcji byłyby takie same.

7.3 Analiza przekrojów wzdłużnych całych łopatek turbiny

Analiza przekrojów wzdłużnych całych łopatek mogła pozwolić na określenie wpływu zmian geometrii przekroju poprzecznego odlewu, występujących wzdłuż osi łopatek, na zmiany struktury i zdefektowania. Cięcie próbek do badań wykonano według schematu przedstawionego na rysunku 59. Część wyników niniejszego rozdziału została opublikowana w artykułach [104,105].



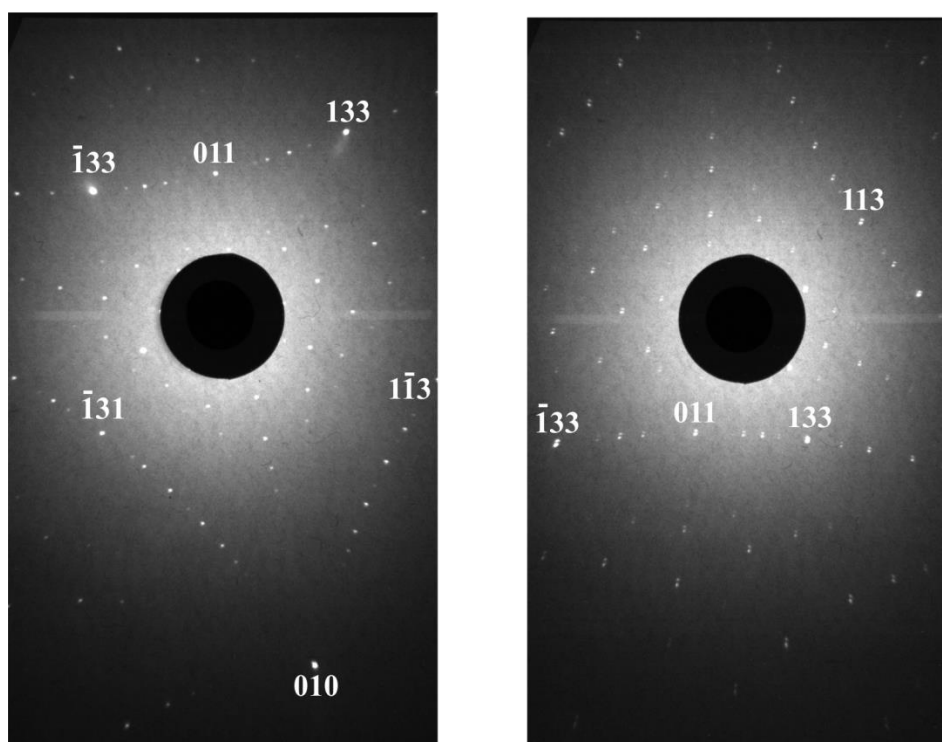
Rys. 59 Schemat łopatek turbiny silnika (a) oraz badany przekrój wzdłużny S (b).
KS – krawędź spływu.

Przekroje wzdłużne przygotowano dla dwóch serii łopatek otrzymanych z prędkościami 3 oraz 5 mm/min. Następnie, przygotowane zglądy poddano procedurze badawczej stosowanej w przypadku badań zamków oraz pióra łopatek.

Na rysunku 60 przedstawiono przykładowe lauegramy otrzymane ze środkowej części zglądów wzdłużnych zamka łopatek uzyskanych z prędkościami 3 oraz 5 mm/min. Wyznaczone z lauegramów parametry orientacji przedstawiono w tabeli 7. Najbliższym kątem kierunkiem do normlanej wykonanych zglądów był kierunek [011]. Z lauegramów wyznaczono również odchylenie kątowe kierunku [001] od głównej osi łopatek. Jego wartość wynosiła ok. 10° dla łopatek otrzymanych z prędkością 3 mm/min. oraz 5° dla łopatek otrzymanych z prędkością 5 mm/min. Następnie wykonano obrazy struktury dendrytycznej za pomocą SEM, które przedstawiono na rysunku 62. Obrazy uzyskano poprzez złożenie około 100 obrazów mikrostruktury otrzymanych na skaningowym mikroskopie elektronowym w technice BSE.

a) 3 mm/min

b) 5 mm/min



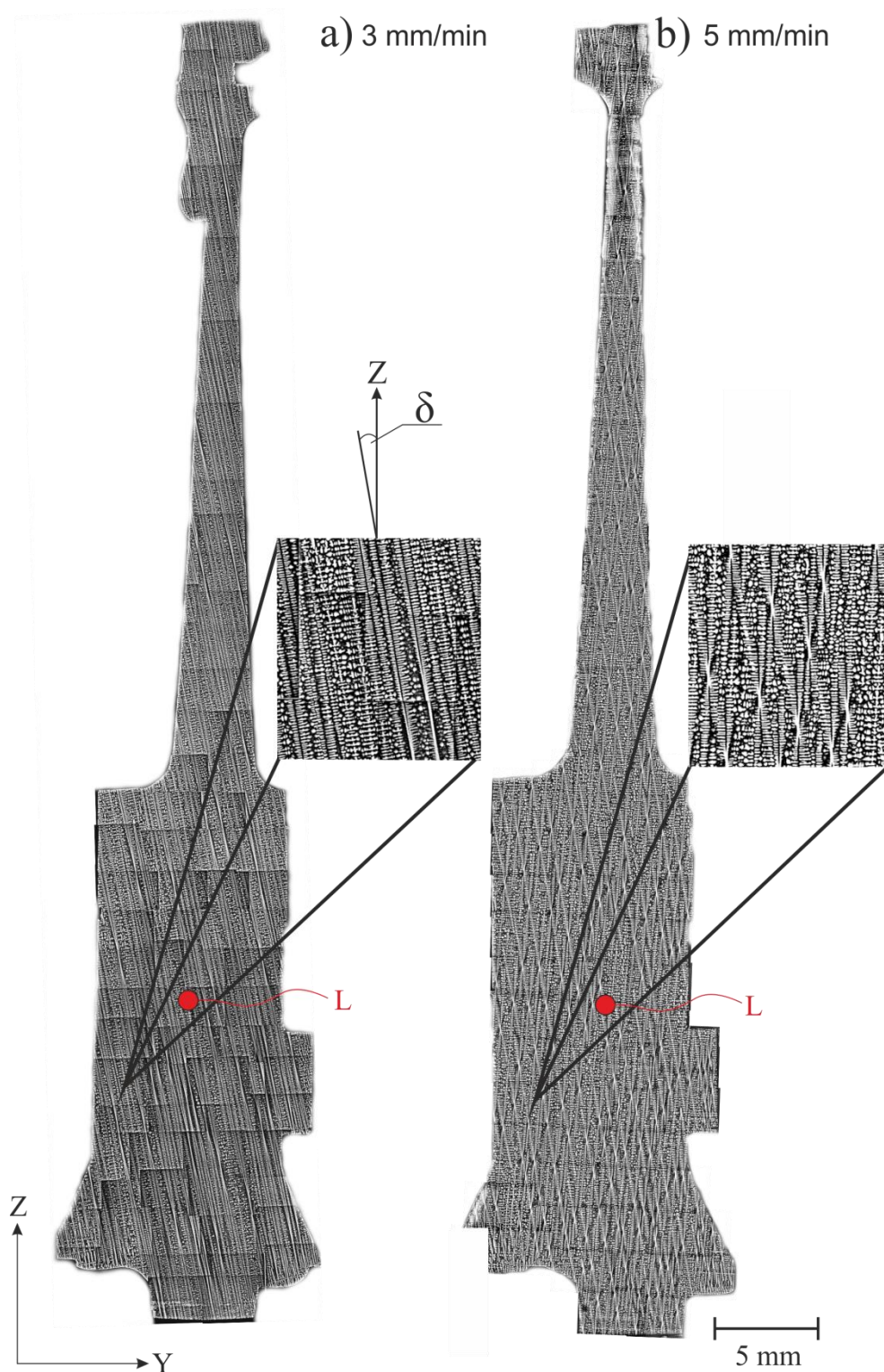
Rys. 60 Typowe lauegramy zwrotne przekrojów wzdłużnych łopatek otrzymanych z prędkością wyciągania: a) 3mm/min, b) 5 mm/min.

Tabela 7 Wyznaczone z lauegramów parametry orientacji krystalograficznej przekrojów wzdłużnych łopatek.

Parametry orientacji krystalograficznej	Prędkość wyciągania, mm/min	
	3	5
Kierunek krystalograficzny najbliższy kątowo do normalnej do płaszczyzny zglądu	[011]	[011]
Kąt odchylenia kierunku [011] od normalnej do płaszczyzny zglądu	16°	14°
Kąt odchylenia kierunku [001] od osi łopatki	10°	5°

Na obrazie mikrostruktury przekroju łopatki otrzymanej z prędkością 3 mm/min (Rys. 61a) widoczne są długie ramiona pierwotne (rdzenie) dendrytów. Oznacza to, że rdzenie są prawie równoległe do płaszczyzny zglądu, jak w przypadku analizowanego fragmentu pióra (Rys. 51a). Kąt δ nachlenia pasm rdzeni dendrytów względem głównej osi łopatki Z wynosił ok. 10°. Mikrostruktura jest jednorodna w całym obszarze przekroju.

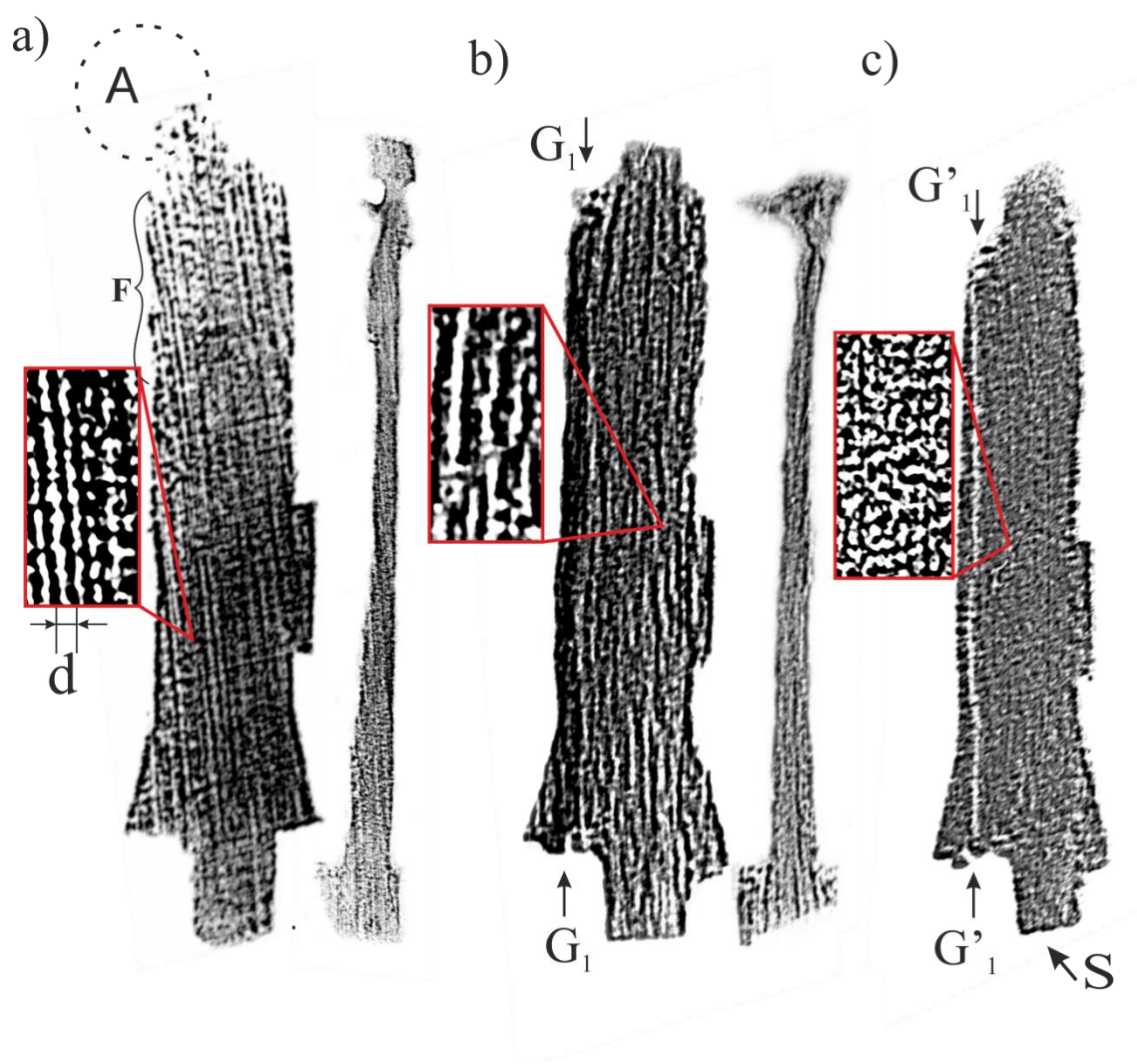
Mikrostrukturę zglądu łopatki otrzymanej z prędkością 5 mm/min (Rys. 61b) cechuje występowanie charakterystycznych „klepsydr” – oznacza to, że ramiona pierwotne dendrytów są nachylone względem płaszczyzny zglądu. Taka morfologia mikrostruktury powoduje, iż na powierzchni widoczne są krótkie fragmenty ramion od znacznie większej ilości dendrytów. Podobną mikrostrukturę przedstawiał zgląd badanej próbki SM-2 (Rys. 51b).



Rys. 61 Mikrostruktura dendrytyczna zglądu łopatek dla prędkości wyciągania: a) 3 mm/min, b) 5 mm/min. Obrazy uzyskano poprzez złożenie ok. 90 obrazów mikrostruktury uzyskanych techniką BSE (SEM). L – obszar badania metoda Laue.

Na rysunku 62 przedstawiono togramy rentgenowskie zamka oraz pióra przekrojów wzdłużnych całych łopatek. Topogram rentgenowski refleksu 022 dla łopatki odlanej z prędkością 3 mm/min. wykazuje pasmowy charakter kontrastu. Pasma ułożone są zgodnie z nachyleniem rdzeni dendrytów obserwowanych na obrazach mikrostruktury zglądów. Pasma kontrastu są oddalone od siebie o odległość d (Rys. 62a), takie rozsuniecie najlepiej widoczne w pobliżu rogu A zamka (Rys. 62a) może oznaczać dezorientacje sąsiednich dendrytów o ok. $0,1$ do $0,2^\circ$. Generalnie, nie obserwuje się znacznych zaburzeń pasm zarówno w zamku, jak i w piórze łopatki. W obszarze A zauważono lokalne obniżenie kontrastu, co sugeruje występowanie lokalnej dezorientacji struktury. Dodatkowo, mniej więcej od połowy zamaka łopatki (obszar F, Rys. 62a) pasma kontrastu lewej krawędzi topogramu są nieregularnie pofałdowane. Świadczy to o występowaniu w tym miejscu niewielkich dezorientacji.

Topogram refleksu 022 zamka łopatki odlewanej z prędkością 5 mm/min (Rys. 62b) wykazuje krótkie poszarpane nieznacznie pofałdowane pasma kontrastu na całej powierzchni zglądu zamka łopatki. Z lewej strony na topogramie występuje szersze pasmo podwyższonego kontrastu oznaczone jako G_1 . Prawdopodobnie występuje w tym miejscu granica niskiego kąta. Obrazy sąsiednich bloków zostały przesunięte w wyniku wzajemnej dezorientacji i nałożyły się na siebie, powodując lokalne, pasmowe podwyższenie kontrastu. W celu potwierdzenia obecności granicy wykonano dodatkowo topogram rentgenowski refleksu 113 (Rys. 62c). Na topogramie refleksu 113 nastąpiło rozsuniecie bloków, co jednoznacznie potwierdziło obecność granicy niskiego kąta o wzajemnej dezorientacji sąsiednich bloków wynoszącej ok. 1° , w wyniku obrotu obrazu sąsiednich bloków względem osi Z. Granica ta, utworzona została na początkowym etapie krystalizacji zamka łopatki w pobliżu selektora (S, Rys. 62c) i zanikła na ścianie odlewu przy przejściu zamka w pióro łopatki. Charakter kontrastu dla refleksu 113 jest inny niż w przypadku refleksu 022. Nie wykazuje on tak wyraźnego pasmowego charakteru kontrastu.

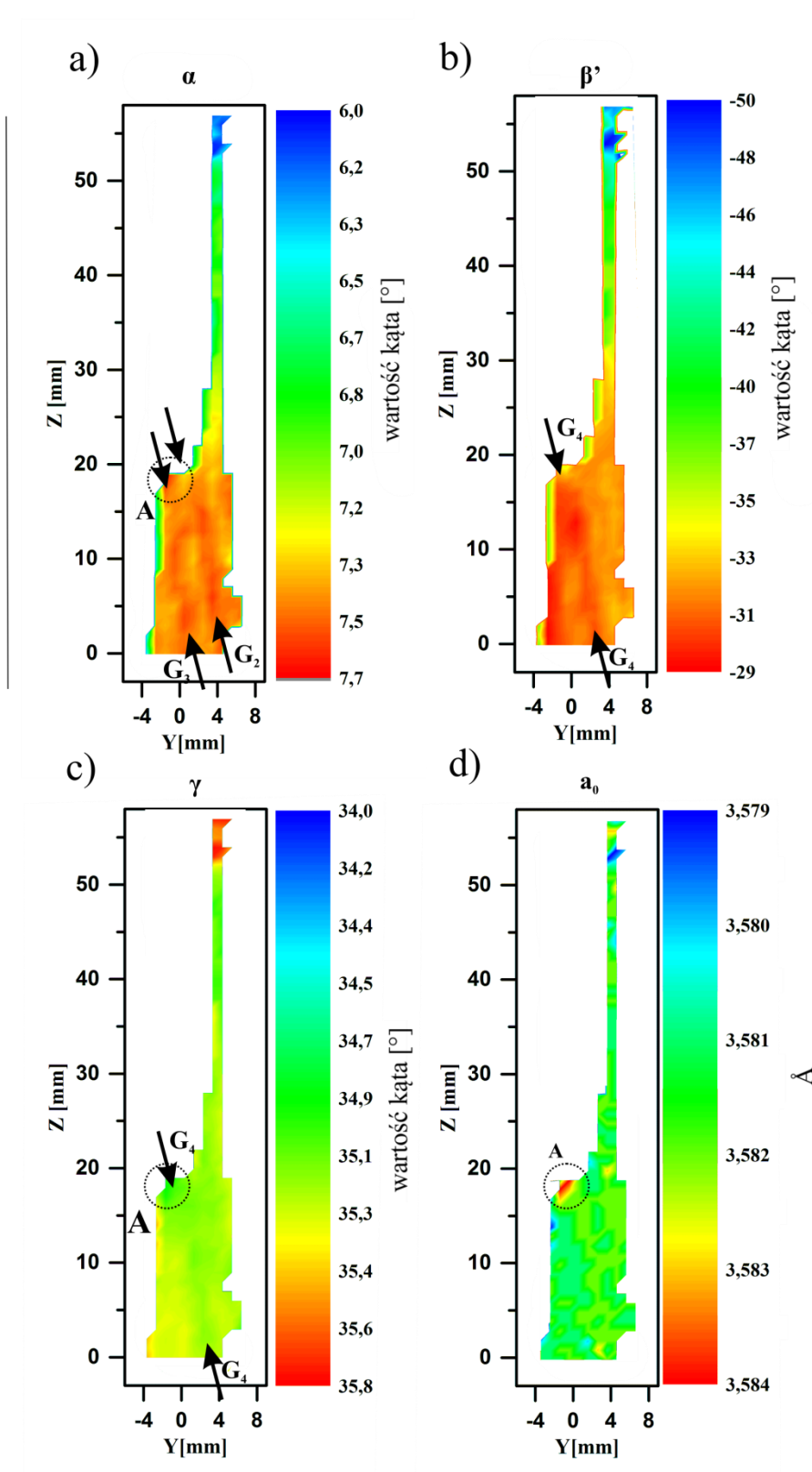


Rys. 62 Topogramy rentgenowskie zamka i pióra łopatek otrzymanych z prędkością wyciągania: a) 3 mm/min, refleks 022, b) 5 mm/min, refleks 022 oraz c) 5 mm/min, refleks 113. Promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$. Wstawki przedstawiają powiększone fragmenty topogramów.

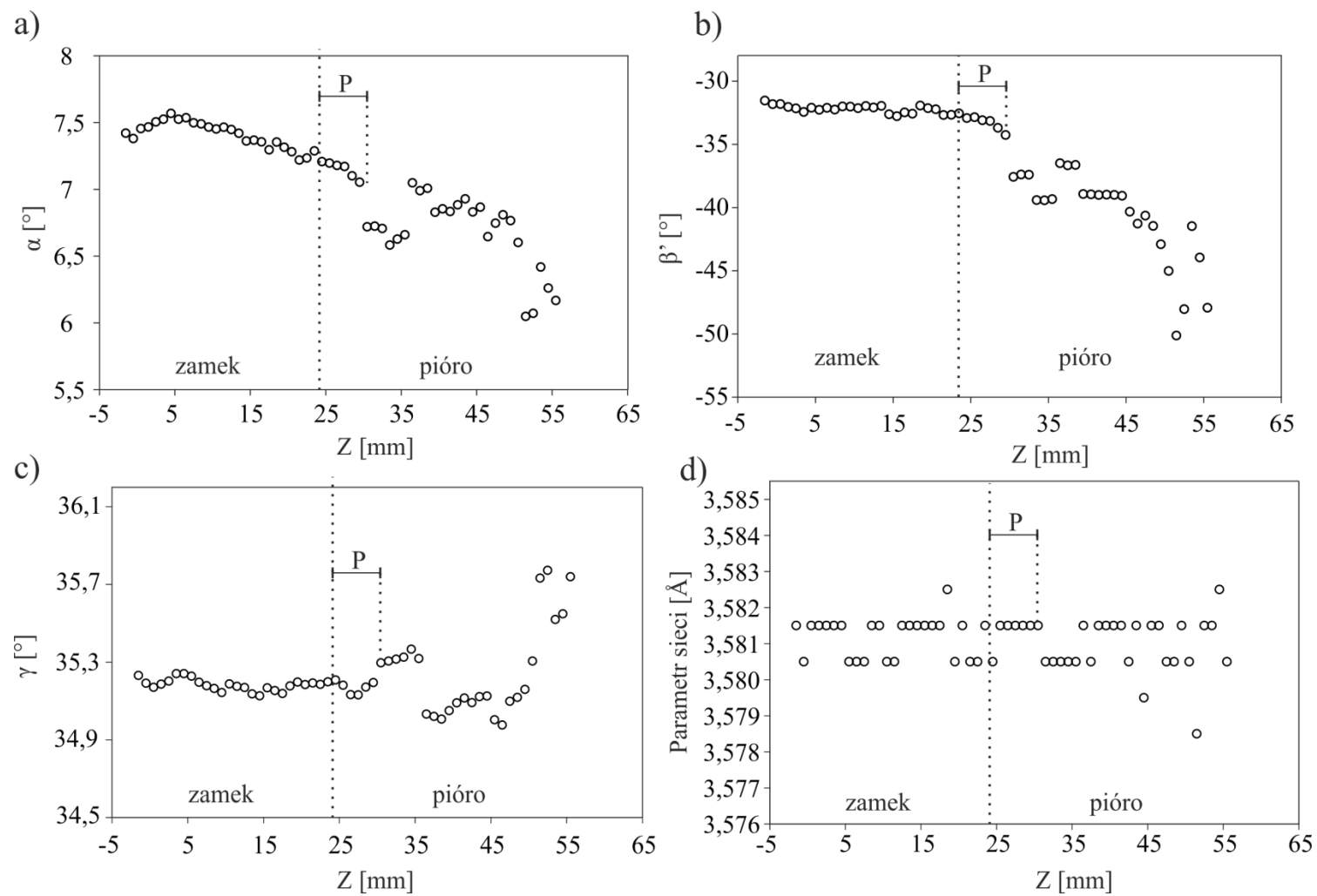
Zgodnie z obraną procedurą badawczą w kolejnym kroku wykonano mapowanie orientacji krystalograficznej oraz parametru sieci badanych przekrojów. Mapy dla łopatki odlanej z prędkością 3 mm/min przedstawiono na rysunku 63. Mapy potwierdziły pasmowy charakter zmian rozkładu orientacji, zgodną z kierunkiem nachylenia dendrytów, obserwowaną na mikrostrukturze oraz uwidocznioną na topogramie rentgenowskim (pasma G_2 , G_3 , G_4). Maksymalne zmiany składowej orientacji α sąsiednich obszarów zamka łopatki wynosiły ok. $0,4^\circ$ (Rys. 63a),

a składowej γ ok. $0,2^\circ$ (Rys. 63c). Zmiany składowej γ są związane z obrotem względem osi Z i są porównywalne z maksymalną wartością dezorientacji obserwowaną na topogramie obliczonymi na podstawie przesunięcia d (Rys. 62a). Lewa krawędź przekroju zamka łopatki wykazuje zaburzenie orientacji, co na topogramie rentgenowskim uwidacznia się poprzez pofałdowanie lewej krawędzi topogramu (obszar F, Rys. 62a). Miejsce oznaczone jako A na rysunku 62a uwidoczniło się na mapach składowych orientacji oraz parametru sieciowego. Mapy dodatkowo uwidoczniły stopniową zmianę orientacji wzdłuż kierunku krystalizacji w piórze łopatki, która nie została odzwierciedlona na topogramach rentgenowskich.

W celu lepszej wizualizacji zmian orientacji całej łopatki (zamka oraz pióra) wzdłuż osi Z na rysunku 64 przedstawiono wykresy składowych orientacji krystalograficznej oraz parametru sieci wzdłuż przekroju dla $Y = 4$. Na wykresach można wyodrębnić obszar zamka, gdzie zmiany składowych orientacji są niewielkie. W piórze po przejściu obszaru oznaczonego jako P (Rys. 64) widać znaczne zmiany składowych orientacji. Dodatkowo, przy końcu pióra łopatki widać znaczny rozrzut parametru sieci. Zakres zmian od zamka do pióra wynosi dla składowej $\alpha \approx 1,5^\circ$, $\beta' \approx 20^\circ$, $\gamma \approx 0,5^\circ$, parametr sieci wykazuje niewielką zmianę w pobliżu końca pióra.



Rys. 63 Mapy składowych orientacji α , β' , γ oraz mapa parametru sieci $a_0^{\gamma'}$ otrzymane metodą Ω -scan dla przekroju łopatki otrzymanej z prędkością 3 mm/min.

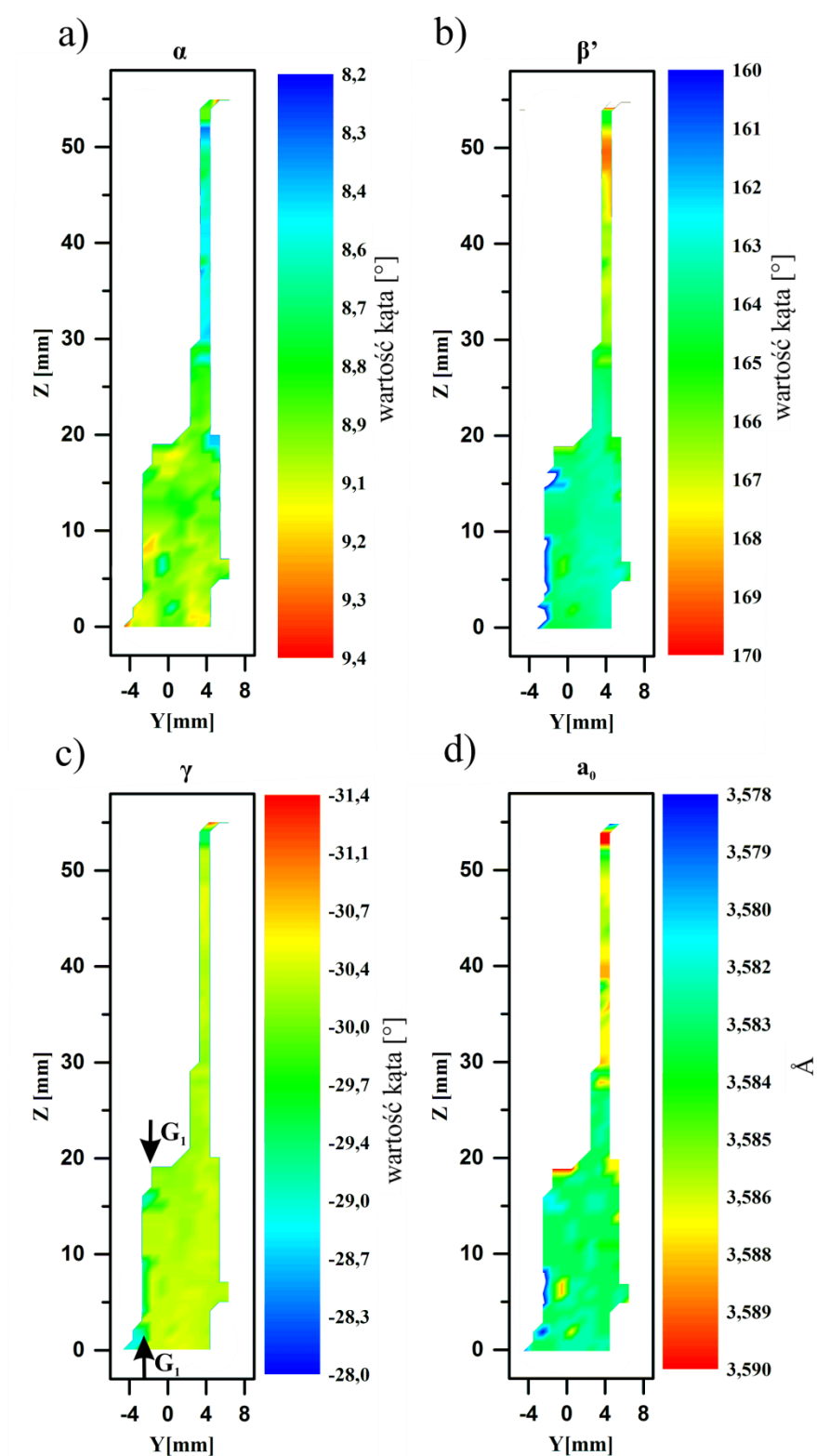


Rys. 64 Wykresy zmian składowych orientacji α , β' , γ oraz parametru sieci a_0'' , wzdłuż osi Z zglądu łopatk, dla Y = 4 (Rys. 63).
Prędkość wyciągania 3 mm/min.

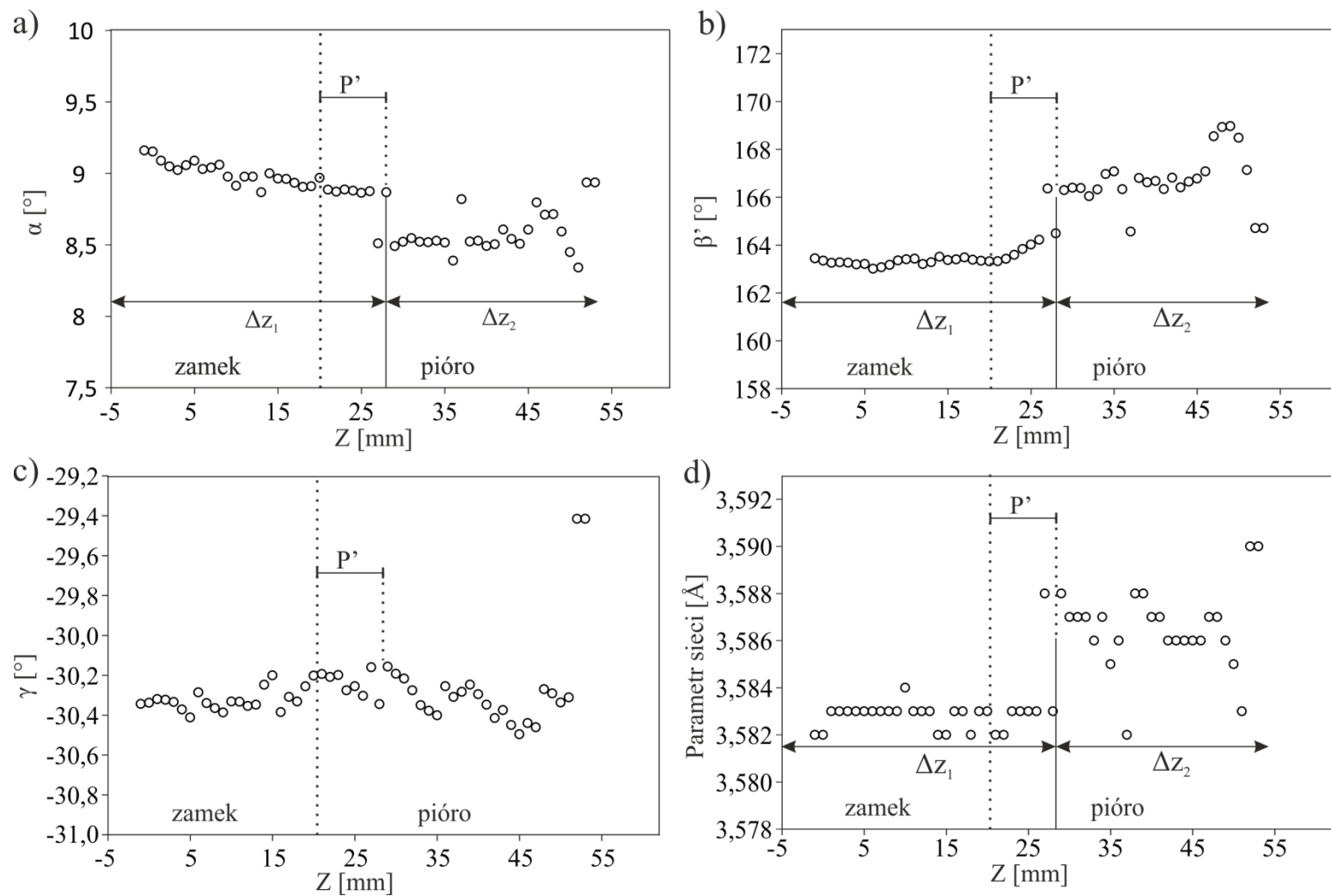
Mapy składowych orientacji oraz parametru sieci dla przekroju łopatki otrzymanej z prędkością 5 mm/min przedstawiono na rysunku 65. Charakter rozkładu orientacji w zamku łopatki wykazuje lokalne nieregularne obszary zmian, co może mieć związek z nachyleniem rdzeni dendrytów do płaszczyzny zglądu. Na mapie składowej orientacji γ (G_1 , Rys. 65c) uwidoczniła się granica niskiego kąta oznaczona na topogramach rentgenowskich (G' , Rys. 62c). Różnica kąta γ , opisującego obrót względem osi Z, sąsiednich obszarów w otoczeniu granicy G_1 (Rys. 65c), jest rzędu 1° , co odpowiada wartości określonej z topogramu. Dla obszaru końca pióra łopatki ($Z > 55$ mm) nie uzyskano wyników, co świadczy o jego znacznej dezorientacji, bądź występującym w tym miejscu odkształceniu. W przypadku łopatki otrzymanej z prędkością 5 mm/min również zaobserwowano nieznaczną tendencję stopniowej zmiany składowych orientacji α , β' , γ w piórze łopatki wzdłuż osi Z, jednak wartości tych zmian są znacznie mniejsze, niż w przypadku odlewów otrzymanych z prędkością 3 mm/min. Zauważono również zmiany parametru sieci w piórze.

W celu dokładniejszej analizy zmian składowych orientacji sporządzono wykresy poszczególnych składowych orientacji wzdłuż osi Z (Rys. 66a-c). Na wykresach również wyodrębniono obszar P' , po którym następują znaczne zmiany orientacji oraz parametru sieci (Rys. 66d). Na wykresach można wyodrębnić obszar zamka, gdzie zmiany oraz ich rozrzut są niewielkie. W piórze po przejściu obszaru oznaczonego jako P' (Rys. 66) widać skokową zmianę orientacji α i β' , a rozrzut statystyczny wartości jest większy. Podobną zależność widać dla wartości parametru sieci.

Zakresy zmian składowych orientacji od zamka do pióra wynoszą, w tym przypadku: $\alpha \approx 1^\circ$, $\beta' \approx 8^\circ$, $\gamma \approx 1^\circ$. Parametr sieci wykazuje zmiany od obszaru P' do końca pióra.



Rys. 65 Mapy składowych orientacji α , β' , γ oraz mapa parametru sieci a_0'' otrzymane metodą Ω -scan dla przekroju łopatkı otrzymanej z prędkością 5 mm/min.



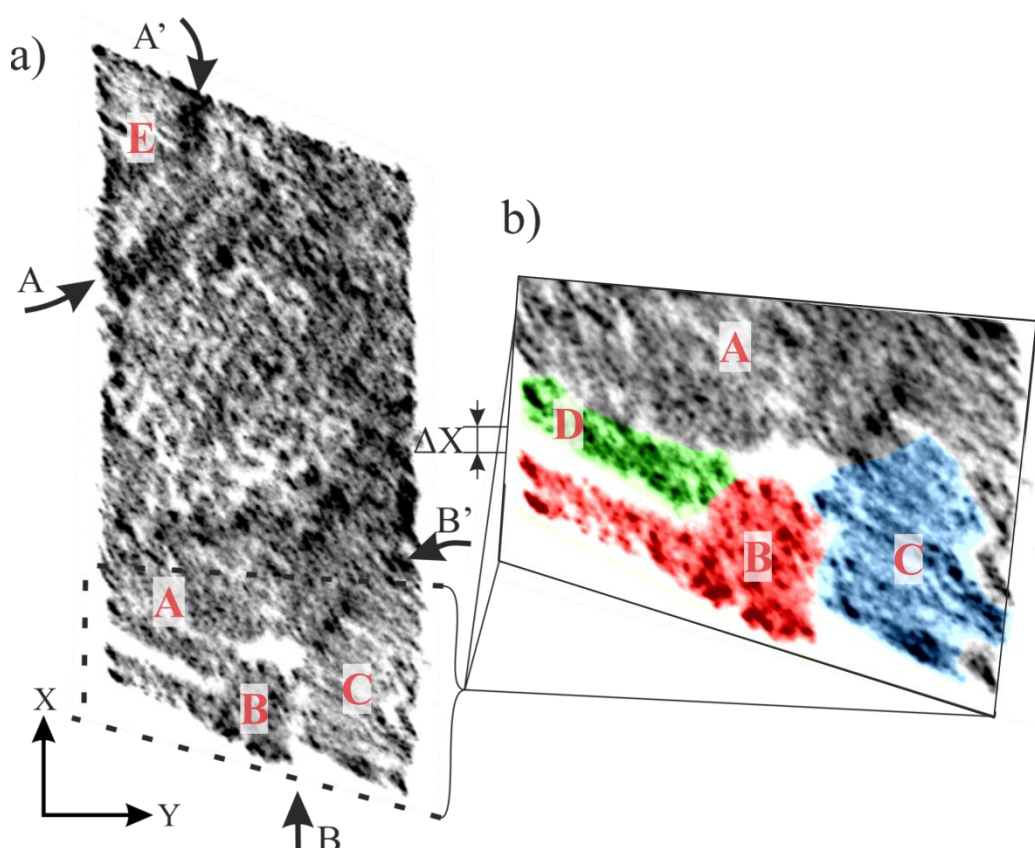
Rys. 66 Wykresy zmian składowych orientacji α , β' , γ oraz parametru sieci $a_0^{\gamma'}$, wzdłuż osi Z zglądu łopatki, dla Y = 4 (Rys. 65).

Prędkość wyciągania 5 mm/min.

7.4 Wieloskalowa charakterystyka granic niskiego kąta

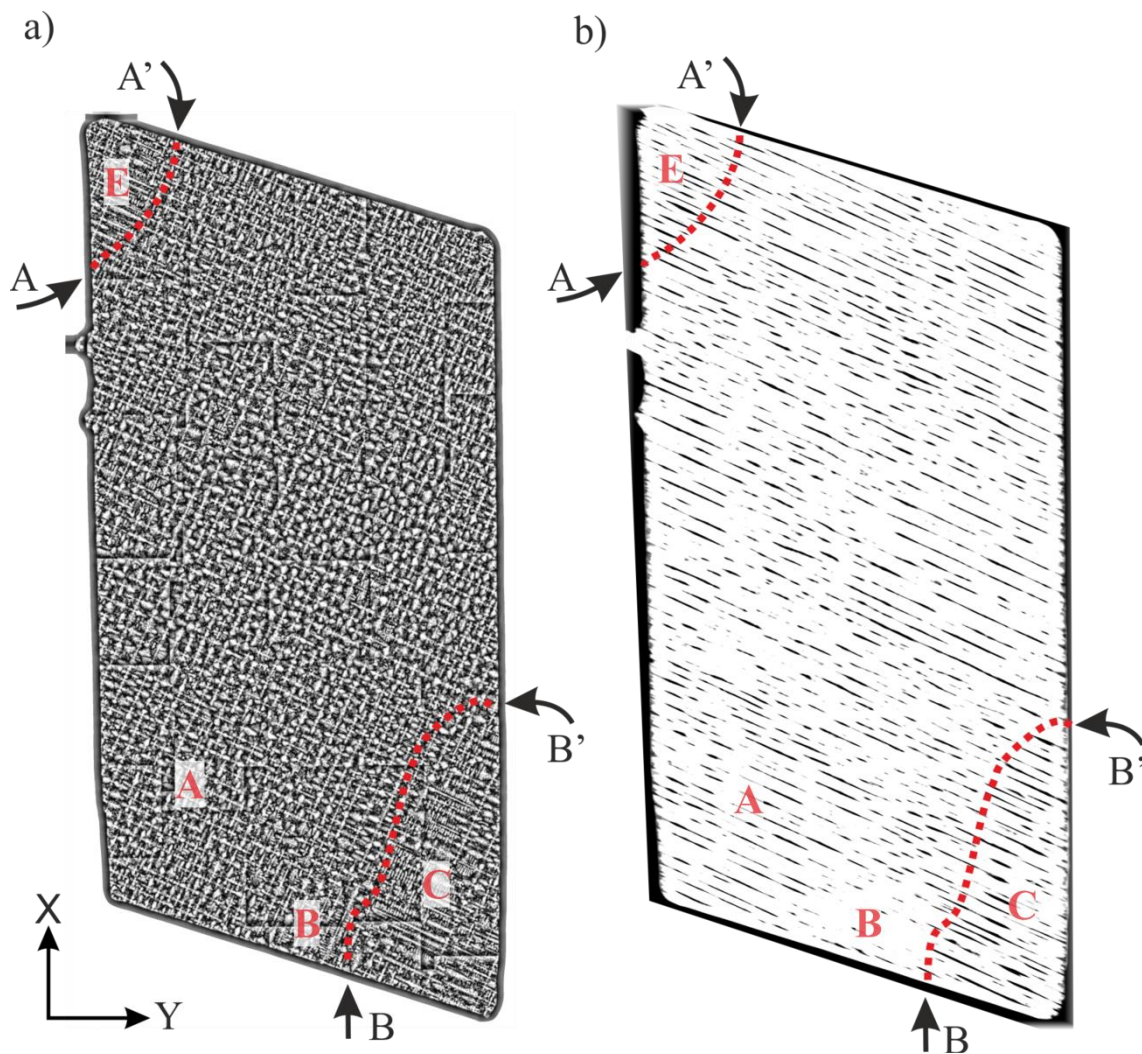
Granice niskiego kąta są często spotykanym defektem struktury w monokrystalicznych odlewach nadstopu niklu. Dzielą one odlew na makroskopowe bloki (subziarna). Jednak zarówno topografia rentgenowska, jak i mapowanie metodą Ω -scan są metodami makroskopowymi i nie dają możliwości określenia czy granice te przebiegają przez dendryty, czy zlokalizowane są w obszarach międzydendrytycznych. Niemożliwym jest również określenie, czy granice te przebiegają przez obie fazy: γ i γ' , czy jedynie poprzez fazę osnowy γ . Aby wyznaczyć dokładny przebieg granicy w skali dendrytycznej przeprowadzono badania przekroju poprzecznego zamka łopatki metodą EBSD. Ponieważ jest to metoda lokalna, należało wstępnie zlokalizować na próbce granicę niskiego kąta metodami makroskopowymi. Na rysunku 67, 68 przedstawiono przykładowy topogram oraz mikrostrukturę przekroju poprzecznego zamka łopatki odlewanej z prędkością 5 mm/min, który wybrano do przeprowadzenia badań metoda EBSD.

Topogram uzyskany przy użyciu refleksu 113 ujawnił występowanie struktury mozaikowej w zamku łopatki z wyraźnym blokiem mozaiki oznaczonym jako B o dezorientacji ok. 1° (Rys. 67a). Jednak przy bliższej analizie fragmentu topogramu można zauważyć, że blok B oznaczony kolorem brązowym otoczony jest innymi blokami A, D, C. Dodatkowo w górnym lewym rogu topogramu widoczny jest blok E. Dezorientacje otaczających bloków są względem siebie niewielkie i zawierają się w granicach $0,1-0,2^\circ$. Obrót sieci krystalicznej bloku B, względem pozostałych bloków występował głównie względem osi Y. Wskazuje na to wzajemne przesunięcie obrazów bloków jedynie wzdłuż osi X o wartość ΔX .



Rys. 67 (a) Topogram rentgenowski przekroju poprzecznego zamka łopatki wybranego do analizy przebiegu granicy nisko-kątowej oraz jego (b) powiększony fragment. Refleks 113, promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$.

Na przedstawionym na rysunku 68a obrazie mikrostruktury widoczne są wyraźne zaburzenia rozkładu dendrytów w narożach zamka, których granice oznaczono odcinkami krzywych AA' oraz BB'. Przekształcony komputerowo obraz mikrostruktury uwidaczniający tylko jeden kierunek ramion przedstawiono na rysunku 68b. Obróbkę obrazu przeprowadzono tak, aby ujawnić granice niskiego kąta (Rys. 67a) widoczne na topogramach rentgenowskich (procedurę przedstawiono w rozdziale 5.1.4). Przekształcony obraz wykazuje pewne zaburzenia w oznaczonych na obrazie mikrostruktury narożach jednak nie można jednoznacznie określić przebiegu granic niskiego kąta. Wyraźnie widoczny jest natomiast brak kontrastu od ramion w obszarze bloku B (Rys. 68b). Przebieg granic AA' oraz BB' jest również widoczny na topogramie (Rys. 67a) w postaci pasów podwyższonego kontrastu.

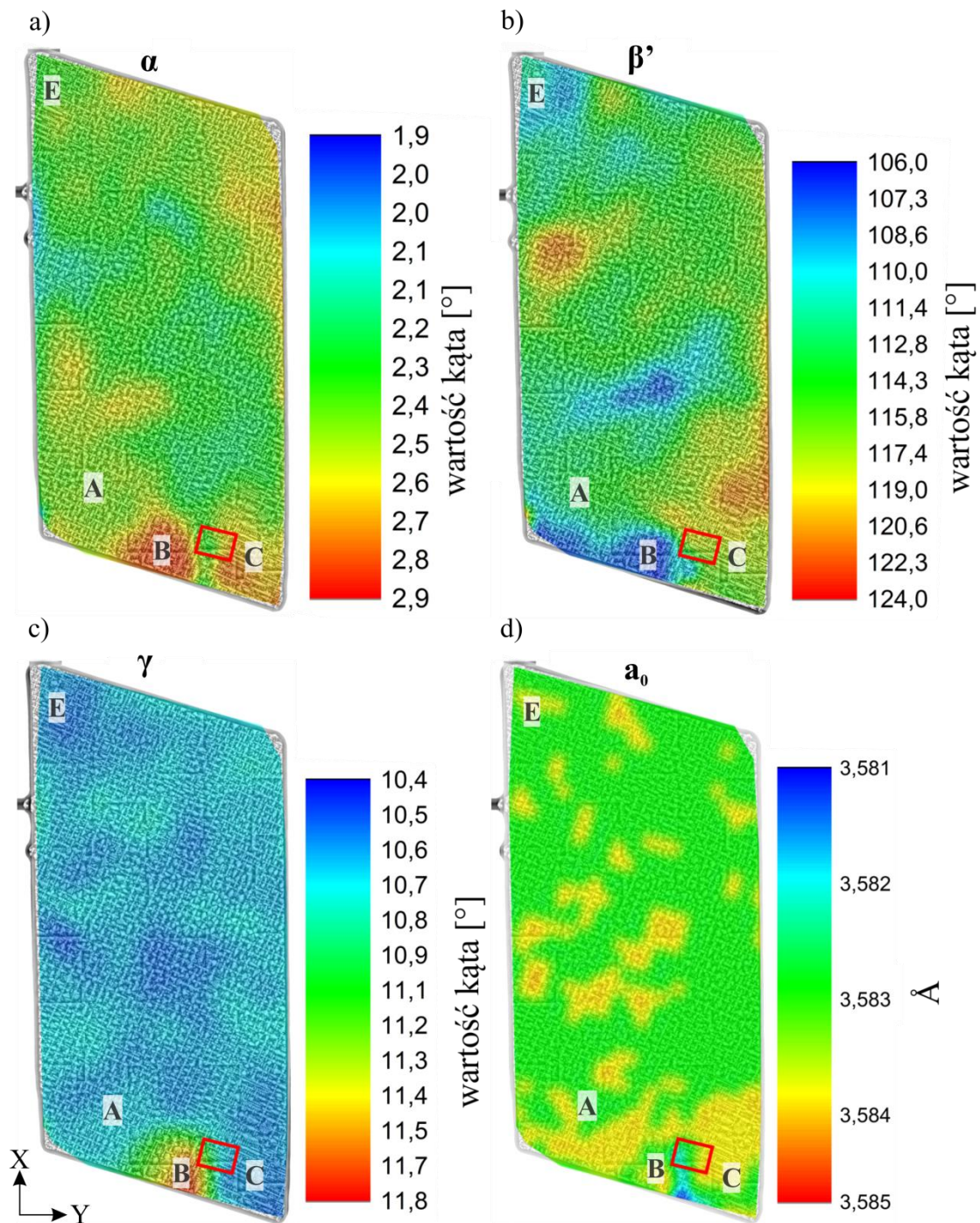


Rys. 68 Przykładowa mikrostruktura przekroju poprzecznego zamka łopatki (a) oraz jej przekształcony komputerowo obraz (b).

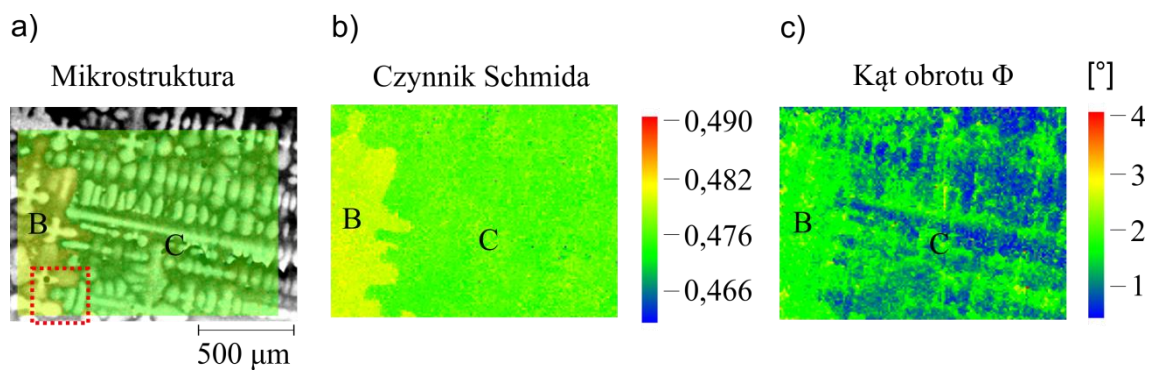
W celu potwierdzenia występowania granicy oraz jej lokalizacji w odniesieniu do struktury dendrytycznej przeprowadzono badania mapowania metodą Ω -scan. Aby precyzyjnie określić miejsce występowania granicy otrzymane mapy składowych orientacji nałożono na obrazy mikrostruktury. Wyniki mapowania orientacji oraz parametru sieci przedstawiono na rysunku 69. Wybrane miejsce do analizy metodą EBSD oznaczono na mapach czerwonym kwadratem. Z uwagi na rozmiar wiązki pierwotnej w metodzie Ω -scan wynoszący ok. 1 mm średnicy, mniejsze bloki mozaiki uwidocznione na topogramach rentgenowskich nie są widoczne na mapach składowych

orientacji. Na podstawie map możemy wyznaczyć wartości wzajemnego obrotu sieci krystalicznej pomiędzy wybranymi blokami B oraz C, wynoszące: $\alpha = 0,3^\circ$, $\beta' = 2^\circ$, $\gamma = 0,6^\circ$. W wybranym do badania miejscu na granicy bloków możemy zaobserwować również wyraźne zmiany parametru sieci.

Nałożenie map orientacji na obraz mikrostruktury pozwoliło jednoznacznie określić miejsce występowania granicy bloków. Aby określić przebieg granicy niskiego kąta w skali mikro wykonano mapy orientacji metodą EBSD (SEM), wykorzystując różne powiększenia. Na rysunku 70 przedstawiono obraz mikrostruktury z naniesioną mapą czynnika Schmid, pojedynczą nieobrobioną mapę czynnika Schmid oraz mapę kąta obrotu Eulera Φ . Na mapach tych uwidoczniła się granica bloków mozaiki.



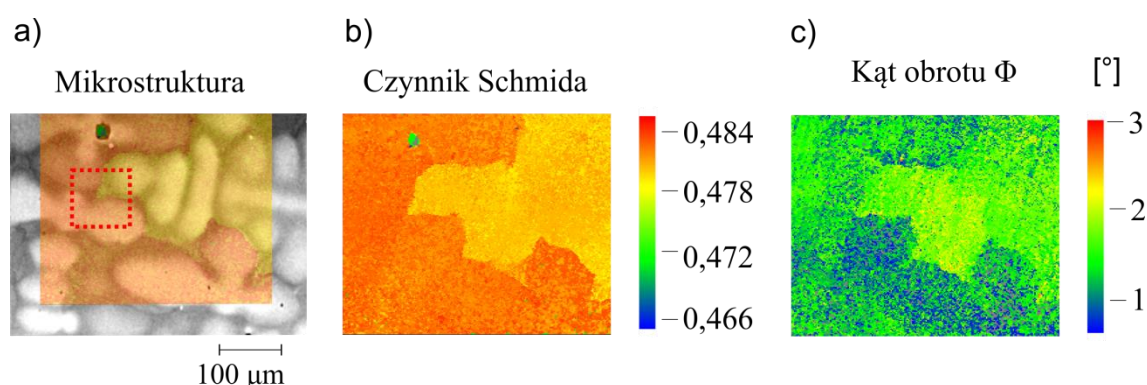
Rys. 69 Mapy składowych orientacji α , β' , γ oraz mapa parametru sieci a_0'' otrzymane metodą Ω -scan z przekroju poprzecznego zamka łopatki, nałożone na obraz mikrostruktury. Czerwonym kwadratem oznaczono obszar do analizy metodą EBSD, zawierający granicę niskiego kąta. Oznaczenia bloków odpowiadają blokom na topogramach rentgenowskich (Rys. 67).



Rys. 70 Obraz mikrostruktury (a) z naniesioną mapą czynnika Schmid, mapa czynnika Schmid (b) oraz mapa składowej orientacji w kącie obrotu Φ (c).

Mapy czynnika Schmid i zmian orientacji w składowej kąta Eulera Φ , otrzymane przy powiększeniu 110x, potwierdziły występowanie granicy niskiego kąta. Na podstawie uzyskanych map stwierdzono, iż granica przebiega wokół grupy dendrytów w lewej części obrazu mikrostruktury (Rys. 70a). Na obrazach widoczna jest zmiana morfologii dendrytów pomiędzy blokami B i C. Dendryty w bloku C posiadają wyraźnie dłuższe ramiona. Przebieg granicy pomiędzy blokami koreluje z wynikami topografii rentgenowskiej oraz z mapami orientacji uzyskanymi metodą Ω -scan. Czerwonym kwadratem na rysunku 70a zaznaczono kolejny, mniejszy obszar badania. Na rysunku 71 przedstawiono kolejne mapy czynnika Schmid oraz zmian orientacji w składowej kąta Φ otrzymane z większym powiększeniem, z zaznaczonego czerwonym kwadratem fragmentu na rysunku 70a.

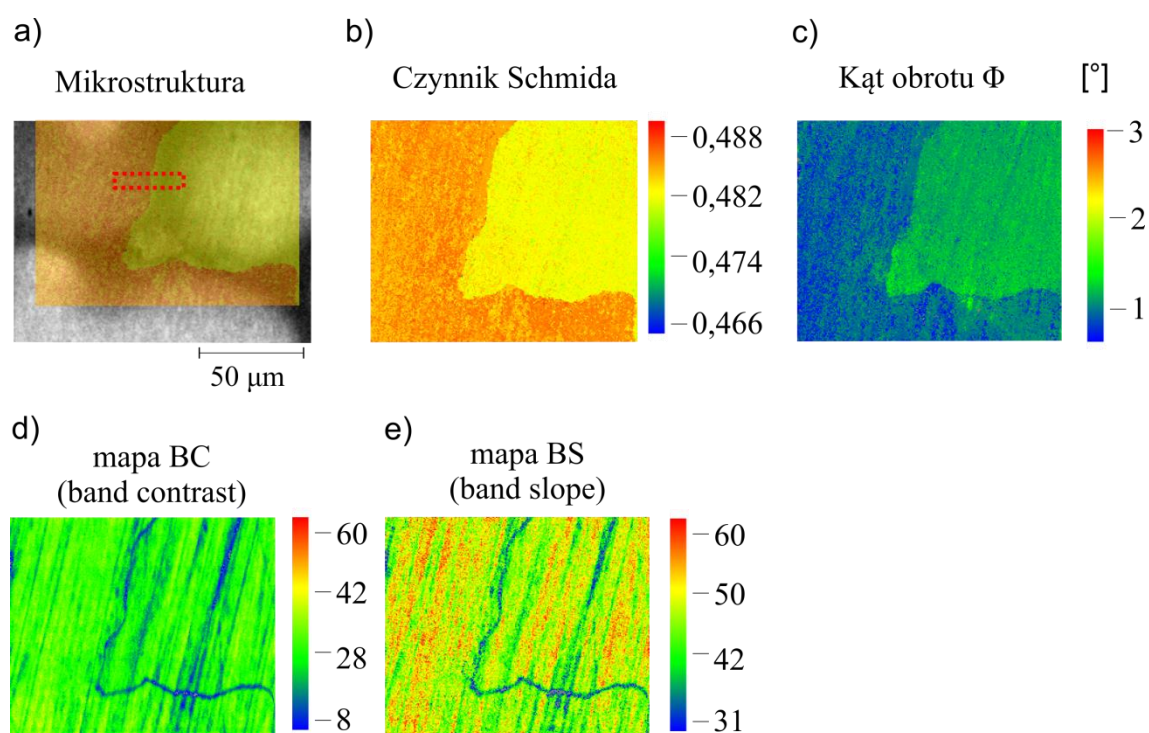
Zastosowanie większego powiększenia (330x) uwidocznio przebieg granicy wokół ramion dendrytów. Również w tym przypadku granica jest wyraźnie widoczna na otrzymanych mapach czynnika Schmid oraz na składowej obrotu Φ . Jak poprzednio, oznaczony czerwonym kwadratem fragment poddano dalszej analizie. Wyniki przedstawiono na rysunku 72.



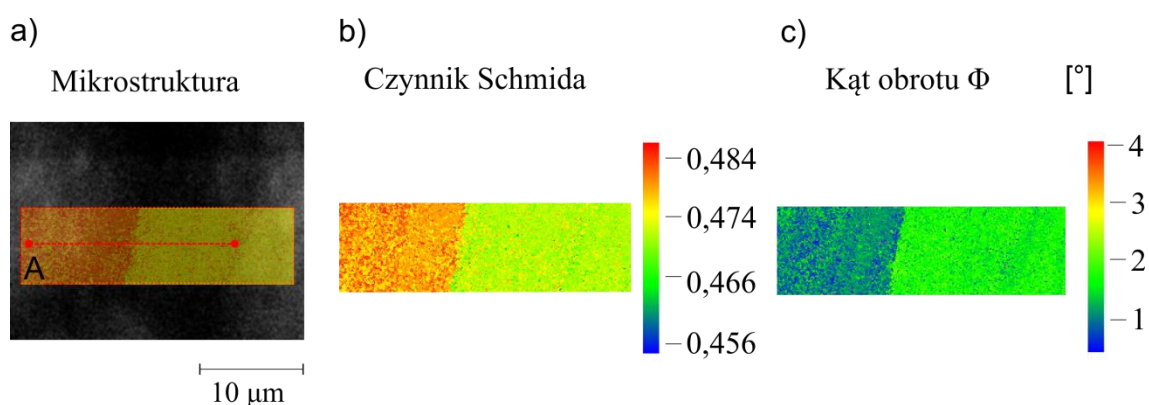
Rys. 71 Obraz mikrostruktury (a) z naniesioną mapą czynnika Schmid, mapa czynnika Schmid (b) oraz mapa składowej orientacji w kącie obrotu Φ (c).

Badanie przy większym powiększeniu (1200x, Rys. 72) potwierdziły skokowy charakter zmiany orientacji na granicy ramion dendrytów. Również w tym przypadku zmiana orientacji była najlepiej widoczna na mapie czynnika Schmid oraz mapie składowej orientacji Φ . Dodatkowo, na rysunku 72 zamieszczono mapy „Band slope” oraz „Band contrast” przedstawiające intensywność linii (pasm) Kikuchi. Wpływ na obniżenie kontrastu linii ma lokalne zdefektowanie pochodzące od np. granic ziaren. Na tych mapach ujawniło się obniżenie kontrastu w miejscu występowania granicy niskiego kąta. W celu jednoznacznego określenia miejsca występowania granicy niskiego kąta wybrany fragment, oznaczony czerwonym prostokątem (Rys. 72a), ulokowany pomiędzy dwoma ramionami dendrytów, poddano dalszemu badaniu.

Na rysunku 73 przedstawiono wyniki mapowania orientacji pomiędzy dwoma ramionami dendrytów w miejscu występowania granicy niskiego kąta (powiększenie 6000x). Po nałożeniu obrazu mapy na obraz mikrostruktury wykazano, iż granica przebiega w obszarze międzidendrytycznym. Czerwony odcinek na obrazie mikrostruktury wskazuje obszar wzdłuż którego zmierzono kąt dezorientacji bloków metodą EBSD.

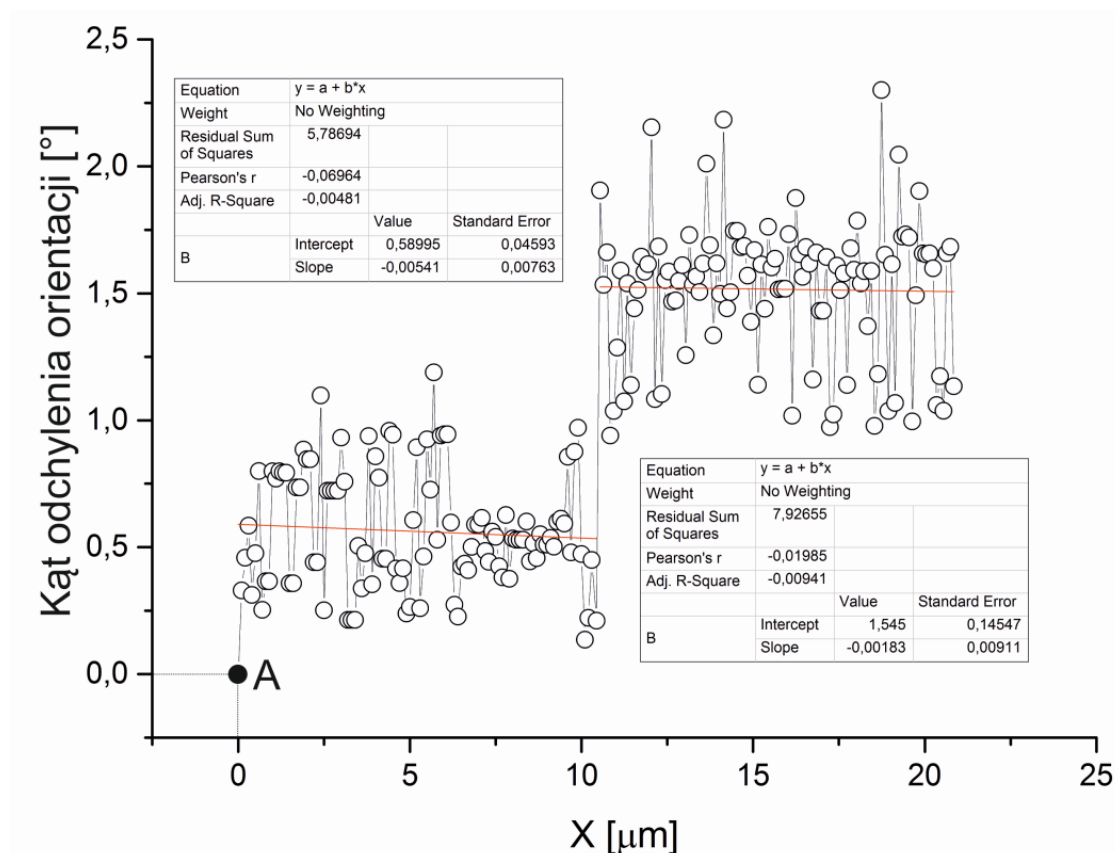


Rys. 72 Obraz mikrostruktury (a) z naniesioną mapą czynn timer Schmid, mapa czynn timer Schmid (b) oraz mapa składowej orientacji w kącie obrotu Φ (c), mapa BC (band contrast) (d) oraz BS (band slope) (e).



Rys. 73 Obraz mikrostruktury (a) z naniesioną mapą czynn timer Schmid, czynn timer Schmid (b) oraz mapa składowej orientacji w kącie obrotu Φ (c).

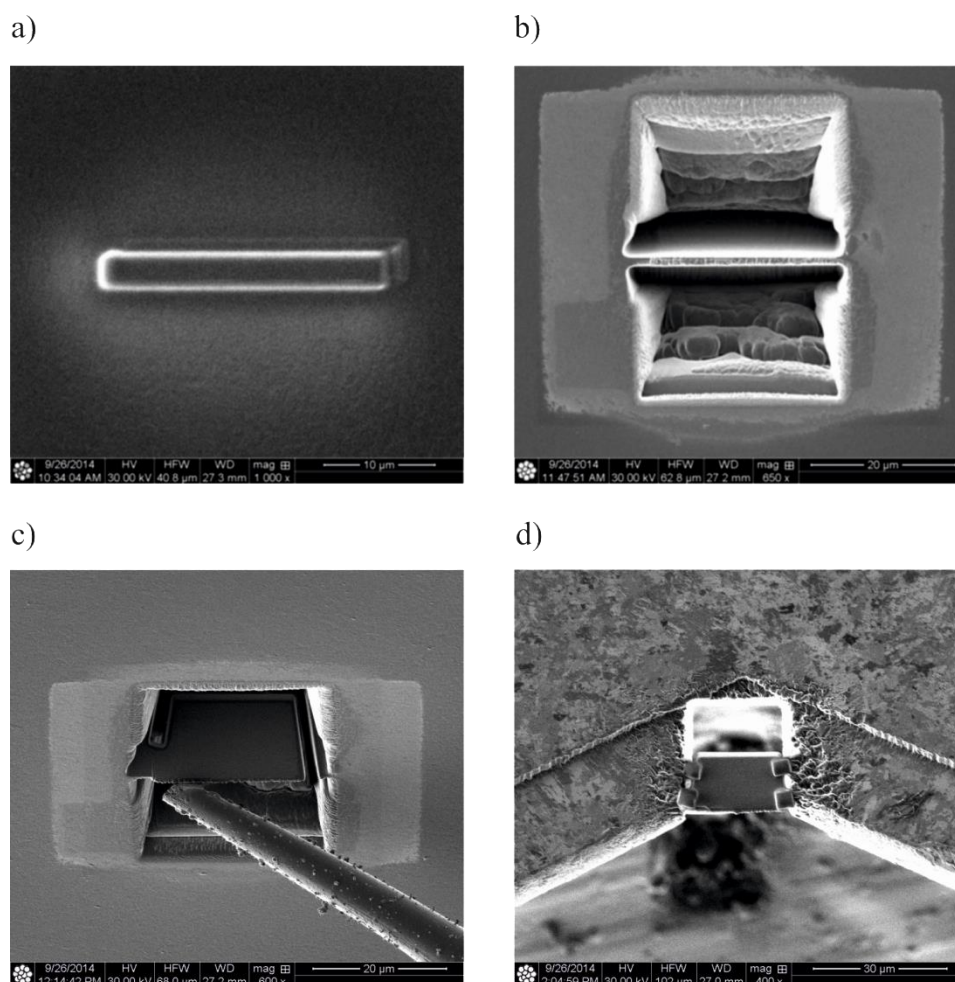
Na rysunku 74 przedstawiono wykres kąta dezorientacji poszczególnych punktów, względem pierwszego mierzonego punktu A, wzdłuż linii zilustrowanej na rysunku 73a. Wyraźnie widać skokową zmianę orientacji w punkcie $X = 10 \mu\text{m}$, świadczącą o występowaniu dwóch bloków mozaiki oraz granicy niskiego kąta w tym miejscu. Metodą regresji liniowej określono wartości kąta odchylenia orientacji dla obydwu bloków oraz całkowitą wartość dezorientacji pomiędzy blokami wynoszącą ok. 1° .



Rys. 74 Wykres wartości odchylenia orientacji od początkowego punktu A, wzdłuż linii przedstawionej na rysunku 73a.

Badania metodą EBSD (SEM) umożliwiły zobrazowanie przebiegu granicy niskiego kąta w skali mikroskopowej. W celu dalszej analizy granicy w obszarze międzydendrytycznym niezbędne było użycie transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Z obszaru badań metodą EBSD wycięto cienką folię do dalszych badań, za pomocą

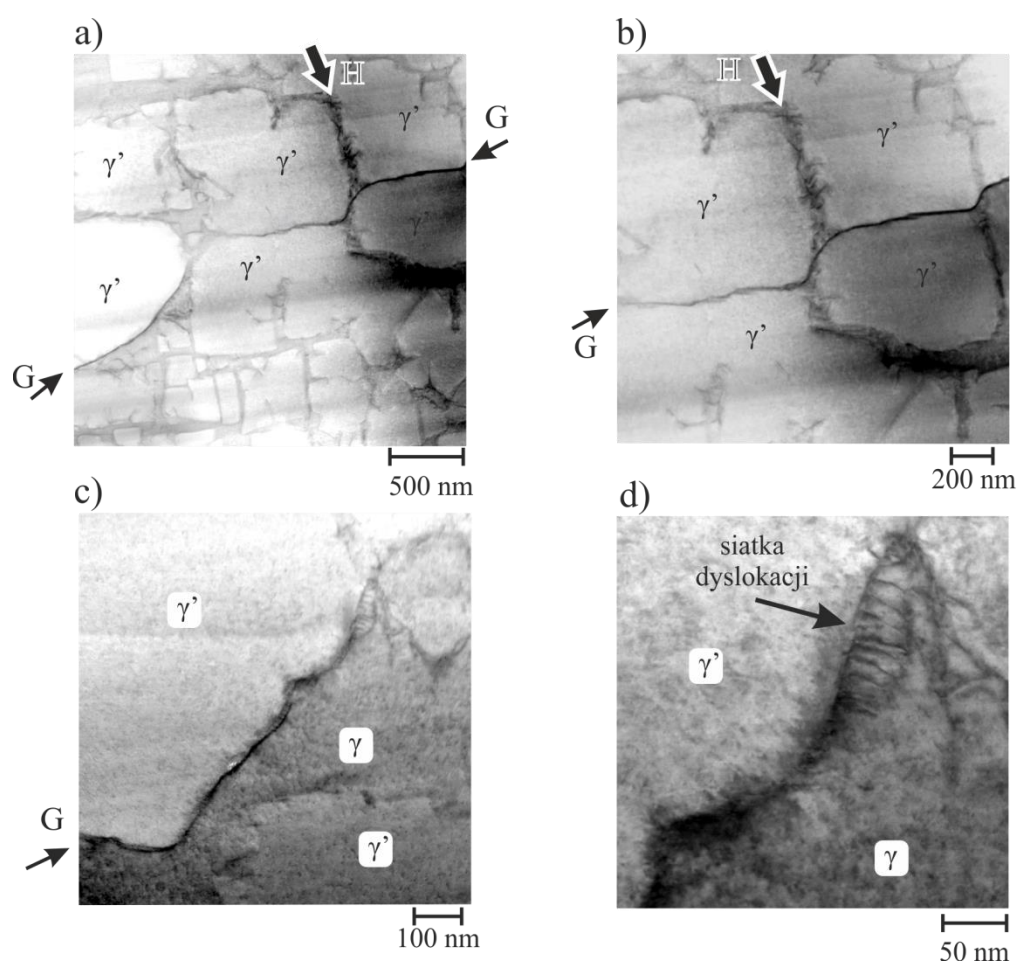
metody trawienia jonami galu (technika FIB). Tak przygotowaną cienką folię poddano badaniom za pomocą transmisyjno-skaningowego mikroskopu elektronowego Titan 80-300 marki FEI oraz elektronowego mikroskopu transmisyjnego JEOL JEM 3010. Rysunek 75a-d przedstawia kolejne etapy przygotowywania cienkiej folii oraz trawienia jonowego. Obszar wycięcia folii maskuje się nałożonym paskiem platyny, aby uniknąć wytrawienia jonami (Rys. 75a). W następnym kroku zogniskowaną wiązką jonów usuwa się materiał po obu stronach nałożonej platyny (Rys. 75b). Kolejne kroki to podcięcie lameli oraz połączenie jej z igłą manipulatora (Rys. 75c), a następnie przyspawanie folii do siateczki miedzianej i ostateczne pocienienie do pożądanej grubości, zwykle kilkudziesięciu nm (Rys. 75d).



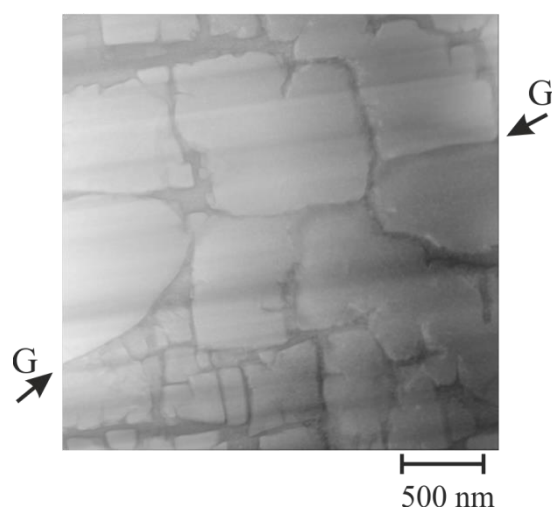
Rys. 75 Obrazy SEM ilustrujące kolejne etapy preparatyki cienkiej folii metoda FIB z obszaru występowania granicy niskiego kąta.

Rysunek 76 przedstawia obrazy uzyskane z obszaru występowania granicy niskiego kąta w transmisyjnym trybie skaningowym z wykorzystaniem detektora pola jasnego (BF-STEM) przy zastosowaniu różnych powiększeń. Przebieg granicy pomiędzy blokami został oznaczony cienkimi czarnymi strzałkami. Jak widać granica niskiego kąta przebiega pomiędzy krystalitami fazy γ' . Na rysunku 76b oraz 76c wyraźnie widać siatkę dyslokacji, oznaczoną grubymi strzałkami H, ulokowaną w fazie γ pomiędzy krystalitami fazy γ' . Przy większych powiększeniach (Rys. 76c,d) widać, że dyslokacje granicy niskiego kąta tworzą siatkę uporządkowaną, w której linie dyslokacji są często prostopadłe do granicy (Rys. 76d). Uwidoczniona na rysunku 76d szerokość oraz struktura siatki dyslokacji granicy jest zmienna. Siatka w znacznej części biegnie po granicy wydzielen fazy γ' .

Obserwacje granicy w szeroko-kątowym ciemnym polu (HAADF) przedstawiono na rysunku 77. Obserwacje te pozwalają na ujawnienie różnic w składzie chemicznym elementów struktury poprzez zmianę poziomu kontrastu w zależności od absorpcji (zakładając, że badana lamelka ma stałą grubość). Obserwacje te nie wykazały wyraźnych zmian kontrastu w miejscu występowania granicy oraz zmiany poziomu kontrastu krystalitów fazy γ' po różnych stronach granicy.

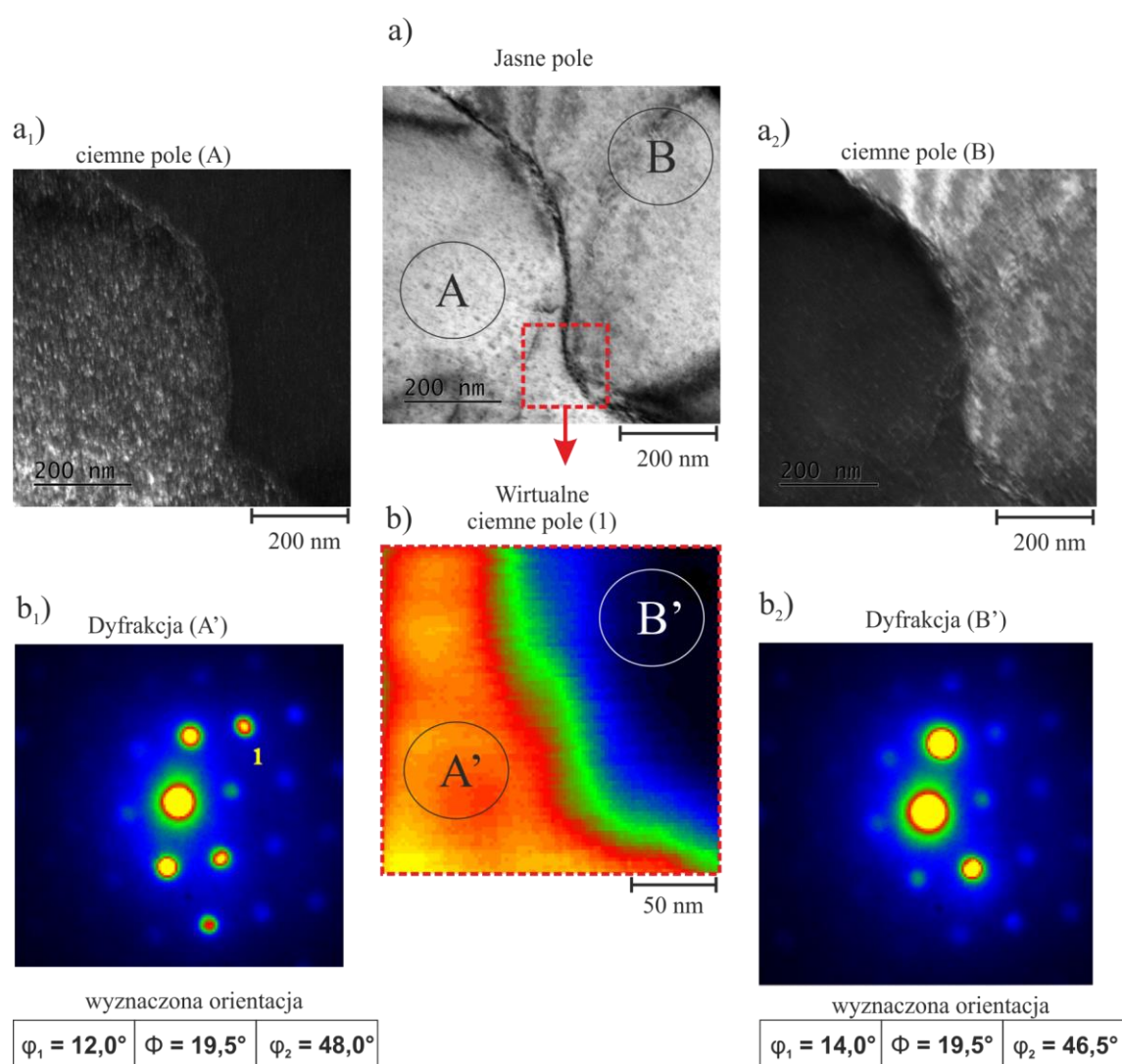


Rys. 76 Obraz STEM w polu jasnym obszaru występowania granicy niskiego kąta.



Rys. 77 Obrazy STEM w trybie HAADF z obszaru występowania granicy niskiego kąta.

Dodatkowo, w celu porównania wyników badania orientacji uzyskanych różnymi metodami, wykonano mapowanie orientacji w miejscu występowania granicy z wykorzystaniem mikroskopu transmisyjnego z przystawką do precesji wiązki elektronów. Rysunek 78a przedstawia obraz w polu jasnym z zaznaczonym (czerwonym kwadratem) miejscem wybranym do badania orientacji. Dodatkowo pokazano obrazy w ciemnym polu poszczególnych fragmentów oznaczonych jako A oraz B (Rys. 78a₁,a₂), należących do sąsiednich bloków. Widać wyraźnie różną orientację obszarów rozdzielonych siatką dyslokacji. Z wybranego miejsca występowania granicy zebrano ok. 10000 dyfrakcji, tworząc mapę orientacji badanej powierzchni. Badanie to wykorzystuję metodę precesji wiązki rentgenowskiej opisane w publikacji [93]. Po wykonaniu mapowania na podstawie zebranych dyfrakcji, program komputerowy analizuję orientację krystalograficzną badanego materiału w poszczególnych punktach pomiarowych. Na wygenerowanej mapie orientacji krystalograficznej (Rys. 78b) możemy zaobserwować obszar zaburzenia orientacji w miejscu występowania granicy niskiego kąta o szerokości ok. 50 nm. Szerokość obszaru występowania zaburzenia orientacji jest porównywalna do obserwowanej szerokości siatki dyslokacji na rysunku 76a. Różnica kątów Eulera φ_1 oraz φ_2 (podobnie jak metodzie EBSD) wynosi ok. 2°.



Rys. 78 Wyniki mapowania orientacji w skali nanometrycznej metodą precesji wiązki:
(a) obraz w jasnym polu z zaznaczonym fragmentem do badania orientacji oraz
obrazy bloków w ciemnym polu (a₁,a₂), (b) mapa zmian orientacji
wygenerowana na podstawie zebranych dyfrakcji oraz obrazy dyfrakcji dla
wybranych obszarów (b₁,b₂).

8 Dyskusja wyników

Zmodyfikowana metoda Auleytnera pozwoliła na wizualizację złożonej dezorientacji bloków mozaiki nadstopów niklu, zmieniającej się w zakresie od kilkudziesięciu minut kątowych do kilku stopni. Jednak zastosowanie rozbieżnej wiązki rentgenowskiej oraz dwufazowa struktura nadstopów wymagały analizy warunków dyfrakcji, określenia wpływu geometrii wiązki, analizowanego refleksu oraz wpływu niedopasowania sieci faz stopu na otrzymywany topogram.

Przeprowadzona analiza w rozdziale 5 wykazała, iż refleks 002, stosowany często w badaniach monokrystalicznych nadstopów niklu, w przypadku rozbieżnej wiązki powoduje dużą dystorsję otrzymanego obrazu, a jego wykorzystanie powoduje trudności w odniesieniu defektów widocznych na topogramach do powierzchni próbki. Dodatkowo w przypadku zglądów poprzecznych jest utrudniona wizualizacja defektów wzrostowych. Jednak z uwagi na jego dużą intensywność może być przydatny do uwidocznienia miejsc występowania makroskopowych odkształceń w odlewie. Refleks 113 z kolei ułatwia odniesienie miejsc występowania defektów do powierzchni próbki, jednak z uwagi na jego mniejszą intensywność, silnie zdefektowane obszary próbki o małym natężeniu wiązki dyfrakcyjnej mogą się nie ujawnić na topogramie. Dodatkowo, w przypadku badań porównawczych różnych próbek należy zwracać uwagę aby powierzchnie badane były podobnie ustawiona względem wiązki padającej. Różne ustawienia mogą bowiem powodować różnice w kontraście nie związane z różnicami w strukturze. Zmienne ułożenie wektora dyfrakcji w stosunku do powierzchni badanych może powodować ujawnienie różnych defektów, co w przypadku badań porównawczych utrudnia określenie przyczyn powstawania defektów.

Możliwość wizualizacji defektów tylko jednej z faz teoretycznie była związana z wykorzystaniem poszczególnych refleksów oraz różnych długości fal w celu odseparowania efektów dyfrakcyjnych od jednej z faz. Jednak subtelne różnice w parametrach sieci każdej z faz znacząco to utrudniały. Obraz dyfrakcyjny od fazy γ posiadającej większe zdefektowanie oraz znacznie mniejszy udział w strukturze

nadstopu CMSX-4 ma natężenie porównywalne z tłem i nie ujawnia się na topogramach rentgenowskich.

Badania odlewów nadstopu niklu wykazały, że rozbieżna wiązka rentgenowska wraz z zastosowaniem oscylacji próbki oraz kliszy w trakcie ekspozycji, jak również znaczna odległość kliszy od próbki (odmiennie do geometrii Berga-Barretta) powoduje znaczące zwiększenie czułości tej metody na dezorientacje (rzędu minut kątowych). Jest to z jednej strony korzystne dla ujawnienia subtelnych defektów dezorientacji, jednak z drugiej strony może utrudniać interpretację topogramów ze względu na duże przesunięcie na topogramach obrazów od obszarów różnej orientacji. Z uwagi na zastosowaną geometrie Auleytnera topografii rentgenowskiej kontrast od ramion dendrytów ulega deformacji na topogramach. Cały topogram w zależności od ustawienia próbki względem wiązki padającej, wektora dyfrakcji oraz orientacji ramion dendrytów wyraźnie wizualizuje głównie pasmowy charakter kontrastu równoległy do wzrostu ramion dendrytów. Łatwiejsza jest wizualizacja bloków mozaiki o dużej dezorientacji (większej niż 1°). W tym przypadku znaczne rozsuniecie się obrazów bloków na topogramie pozwala dokładnie określić ich dezorientację, rozmiar oraz lokalizację na powierzchni próbki. Niewielkie obszary o obniżonym kontraście zawsze widoczne na topogramach mogą pochodzić zarówno od obszarów międzydendrytycznych, jak i od przesunięcia się kontrastu poszczególnych dendrytów z uwagi na ich niewielką dezorientację względem siebie. Wspólnie z opisaną dystorsją obrazu ramion dendrytów sprawia, iż określenie dezorientacji poszczególnych dendrytów względem siebie jest utrudnione. Dużą zaletą metody jest czas pomiaru, który wynosi jedynie kilka minut oraz prosta aparatura, co stanowi zaletę w przypadku wdrożenia metody w linie produkcyjne łopatek turbin silników lotniczych.

W celu powiązania wyników topografii rentgenowskiej z mikrostrukturą odlewów niezbędnym okazało się analizowanie struktury dendrytycznej całych powierzchni próbek. Za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego z wykorzystaniem techniki elektronów wstecznie rozproszonych (BSE) udało się, z tej samej nietrawionej powierzchni zglądu, z której uzyskano topogram, otrzymać obraz o wystarczającym kontraście struktury dendrytycznej. Jednak tworzone z wielu poszczególnych zdjęć mikrostruktury (SEM) panoramiczne obrazy całych powierzchni

okazały się bardzo złożone i wyszczególnienie na nich lokalnych defektów okazało się utrudnione. W wyniku przeprowadzonej analizy obrazów wykazano, iż obróbka komputerowa obrazów mikrostruktury dendrytycznej pozwalająca na uwidocznienie defektów tylko jednego z dwóch prostopadłych układów ramion dendrytów umożliwia określenie odchylenia kierunku wzrostu dendrytów w poszczególnych obszarach. Technika ta może być efektywnie stosowana jedynie w przypadku badania zglądów poprzecznych.

W pracy wykorzystano autorski dyfraktometr powstały we współpracy Politechniki Rzeszowskiej, Uniwersytetu Śląskiego oraz firmy EFG (Berlin), wykorzystujący metodę Ω -scan do określania orientacji krystalograficznej oraz parametru sieci dowolnego miejsca odlewu nadstopu niklu, bądź mapowania całej jego powierzchni. W pracy po raz pierwszy zastosowano tą metodę wraz z innymi znanymi metodami pomiaru orientacji krystalograficznej, umożliwiając tym samym porównanie uzyskiwanych wyników. Orientacja sieci krystalicznej w wykorzystanej metodzie jest opisywana za pomocą dwóch osi referencyjnych dyfraktometru i trzech kątów α , β' oraz γ . Taki układ został zaczerpnięty z dotychczas badanych tą metodą kryształów półprzewodnikowych, które posiadają najczęściej okrągły kształt przekroju prostopadłego do kierunku krystalizacji. W przypadku odlewów z łopatek nadstopów niklu dezorientacja sąsiednich obszarów dochodzi nawet do kilku stopni w ramach jednego badanego elementu, a odchylenie kierunku wzrostu od osi łopatki może być poniżej stopnia. Powoduje to w niektórych przypadkach znaczne zmiany kąta β' (Rys. 64) nawet przy niewielkich zmianach w orientacji. Korzystnym aspektem takiego układu jest wyraźniejsza wizualizacja granic bloków. Jednak w przypadku odlewów łopatek o charakterystycznym kształcie znacznie lepszym rozwiązaniem byłoby zastosowanie trzech referencyjnych osi dyfraktometru. Mapy takie pozwoliłyby na bardziej bezpośrednie porównanie zmian orientacji ze zmianami zarejestrowanymi innymi metodami, np. topografią rentgenowskiej, lub metodami mikroskopii elektronowej.

Badania porównawcze metodą Laue oraz metodą EBSD wykazały bardzo zbliżone wartości odchylenia kierunku wzrostu od osi wzrostu. W przypadku dużych bloków mozaiki ich lokalizacja oraz otrzymane wartości dezorientacji dla składowych α

oraz γ są zgodne z otrzymanymi za pomocą metody topografii rentgenowskiej oraz Laue. Mapy zmian parametru sieci otrzymane tą metodą silnie zależą od intensywności refleksów. Z uwagi na niską intensywność refleksów fazy γ parametr sieci wyznaczany jest jedynie dla fazy γ' . W większości badanych próbek rejestrowano zmiany parametru w pobliżu występowania granicy niskiego kąta (Rys. 48,69). Jednak badania mikroskopowe nie potwierdziły występowania wtrąceń lub znaczącej segregacji pierwiastków w pobliżu granicy bloków mozaiki (Rys. 77). Może to świadczyć, iż typowy czas pomiaru dla jednego badanego punktu, wynoszący 4 sekundy, oraz niska intensywność refleksów występująca na granicy bloków mozaiki powodują większy błąd pomiaru parametru sieci. W celu analizy rozkładu parametru sieci na powierzchni odlewu przy wykorzystaniu metody Ω -scan dla nadstopów niklu zaleca się wydłużenie czasu pomiaru punktu pomiarowego w celu zebrania większej statystyki.

Stosowane w pracy dyfrakcyjne metody elektronowe opierały się na pomiarach orientacji metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM) oraz na mapowaniu orientacji z wykorzystaniem precesji wiązki elektronowej (PED) w transmisyjnym mikroskopie elektronowym (TEM). Technika EBSD była już wielokrotnie stosowana do analizy orientacji próbek monokrystalicznych odlewów z nadstopu niklu. W prowadzonych badaniach została ona zaimplementowana do analizy przebiegu makroskopowych granic niskiego kąta. Granice dużych bloków mozaiki o dezorientacji ok. 1° są dobrze widoczne na topogramach rentgenowskich oraz mapach dyfraktometru EFG. Jednak ich właściwy przebieg w strukturze dendrytycznej nie jest możliwy do określenia z uwagi na niską rozdzielczość liniową wykorzystanych metod rentgenowskich. Metoda EBSD o wyższej rozdzielczości liniowej potwierdziła występowanie granic w miejscach określonych metodami rentgenowskimi. Niewielka wartości dezorientacji bloków, będąca na granicy możliwości badawczych metody EBSD, powoduje konieczność odsunięcia detektora możliwie daleko od powierzchni próbki zwiększając tym samym rozdzielczość kątową metody. Jest to możliwe z uwagi na intensywne widmo pochodzące od monokrystalicznych nadstopów niklu. Wraz z zastosowaniem coraz większego powiększenia ujawniono, że granice niskiego kąta są usytuowane w przestrzeniach międzydendrytycznych i biegną po granicach ramion dendrytów,

wzdłuż ich rdzeni. Przestrzenie międzidendrytyczne krystalizujące jako ostatnie akumulują dodatkowo wiele defektów [106]. Wartości dezorientacji bloków mozaiki otrzymane metoda EBSD zgadzają się z otrzymanymi metodami topografii rentgenowskiej oraz Ω -scan.

Badania metodą EBSD wykazały lokalizację granicy niskiego kąta pomiędzy dwoma ramionami dendrytów, jednak jej szczegółowy przebieg oraz charakter w obszarze międzidendrytycznym nie był znany. Zagadnienie to można było wyjaśnić przy wykorzystaniu transmisyjnej lub transmisyjno-skaningowej mikroskopii elektronowej. Wiązało się to jednak z przygotowaniem cienkiej folii z miejsca występowania granicy niskiego kąta. Cienkie folie wykonane konwencjonalnymi metodami, poprzez ścienianie jonowe, bądź metodami elektrochemicznymi nie pozwalają na obserwację zadanego miejsca wykonanej folii, co było niezbędne w dalszych badaniach. Metoda cięcia zogniskowaną wiązką jonów galu (FIB – Focus Ion Beam) pozwala na uzyskanie folii o szerokości ok. 20 μm z dowolnego precyzyjnie wybranego miejsca na próbce. Zastosowanie skaningowo-transmisyjnej mikroskopii elektronowej ujawniło przebieg granicy niskiego kąta pomiędzy wydzieleniami fazy γ' (w obszarach międzidendrytycznych). Granicę wyznacza utworzona siatka dyslokacji biegnąca najczęściej po granicach wydzieleni fazy γ' . Szerokość granicy, wyznaczona obszarem rozpiętości siatki dyslokacji, wynosi od kilku nm do nawet kilkudziesięciu nanometrów (Rys. 76). Analiza chemiczna miejsc występowania granicy bazowała na obrazach otrzymanych z wykorzystaniem czułego na zmiany składu chemicznego detektora pierścieniowego ciemnego pola (HAADF). Nie stwierdzono występowania segregacji pierwiastków. W celu analizy dezorientacji występującej pomiędzy blokami zastosowano po raz pierwszy w przypadku nadstopów niklu metodę mapowania orientacji z wykorzystaniem precesji wiązki w transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Powoduje ona redukcję efektów dynamicznych oraz zwiększenie ilości obserwowanych refleksów dyfrakcyjnych, zwiększając precyzję pomiaru [92]. Metoda badania orientacji polega na rejestrowaniu dużych ilości obrazów dyfrakcyjnych punkt po punkcie z bardzo niewielkiego obszaru próbki. Obrazy te są następnie porównywane i dopasowywane do teoretycznych obrazów dyfrakcyjnych, dzięki czemu uzyskuje się informację na temat orientacji sieci krystalicznej. Analiza dezorientacji wykazała

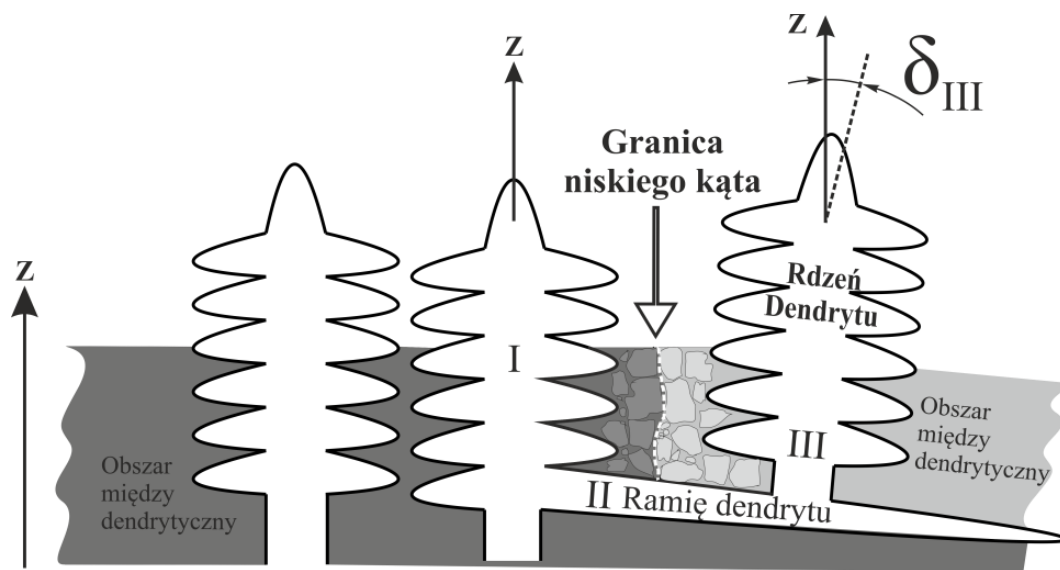
nieznacznie większe wartości dezorientacji, ok. 2° pomiędzy blokami mozaiki, w porównaniu do technik EBSD, Ω -scan, czy topografii rentgenowskiej.

Analizę otrzymanych odlewów rozpoczęto od badania zamków łopatek (Rozdz. 7.1). Zamek łopatki jest fragmentem kluczowym krystalizującym bezpośrednio po selektorze i defekty, takie jak granice niskiego kąta, powstałe w nim mogą być obecne w całym odlewie. Badania zarówno poprzecznych, jak i wzdłużnych zglądów wykazały występowanie granic niskiego kąta, dzielących fragmenty zamka na bloki mozaiki o znacznej wielkości. W przypadku odlewów otrzymywanych z prędkością wyciągania formy wynoszącą 5 mm/min zjawisko to występowało częściej niż dla odlewów otrzymanych z prędkością 3 mm/min. Analiza wzdłużnego zglądu bezpośrednio nad selektorem wykazała, że po przejściu frontu krystalizacji z wąskiego selektora do zamka łopatki, krystalizacja odbywa się poprzez wzrost długich drugorzędowych ramion dendrytów będących podstawą do dalszego wzrostu ramion trzeciego rzędu (Rys. 45). Ramiona drugiego rzędu składają z wielu małych bloków mozaiki i charakteryzują się większym zdefektowaniem od rdzeni dendrytów, co zostało już udowodnione poprzez badania synchrotronowe [57]. Powoduje to, iż w przypadku znacznego, nagłego rozszerzenia frontu krystalizacji (przejście z selektora do zamka) przy dużych prędkościach krystalizacji, długie ramiona drugiego rzędu (II, Rys. 79) mogą krystalizować pod pewnym kątem, nieznacznie różnym od 90° , do rdzeni już wykrystalizowanych dendrytów pochodzących od selektora (I, Rys. 79). W takiej sytuacji istnieje znaczne prawdopodobieństwo utworzenia się bloków mozaiki rozdzielonych granicą niskiego kąta z powodu wzrostu ramion trzeciorzędowych (III, Rys. 79) pod pewnym kątem δ_{III} do już wykrystalizowanych ramion pochodzących od selektora. Granice te, jeżeli nie zostaną zatrzymane na ściankach formy w obszarze przejścia zamka w pióro, mogą być obecne zarówno w piórze jak i w całym odlewie łopatki obniżając jego wytrzymałość. Schematycznie mechanizm ten został przedstawiony na rysunku 79.

Jak wykazały badania metodami topografii rentgenowskiej fragmentów zamka łopatki, powstające bloki mozaiki dają na topogramie złożony kontrast pochodzący od ramion dendrytów. Jak wykazano w rozdziale 6.1 (analiza zglądu wzdłużnego zamka) charakter utworzonych bloków może być dwojaki. W pierwszym przypadku wszystkie

dendryty wchodzące w skład bloku przy przejściu przez granicę mogą jednakowo zmienić swoją orientację – sytuacja taka bardziej przypomina mechanizmy znane z typowych monokryształów. W drugim przypadku występuje ciągła niewielka zmiana dezorientacji w utworzonym bloku wraz ze zwiększaniem się odległości od granicy niskiego kąta (Rys. 46). Dendryty wewnątrz utworzonego bloku monotonicznie zmieniają swoją orientację krystalograficzną. Można wnioskować, iż interakcje związane z orientacją krystalograficzną zachodzące wewnątrz bloków mozaiki pomiędzy dendrytami mają dwojaki charakter: silne interakcje powodują jednakową orientację krystalograficzną całego bloku, słabe interakcje mogą powodować ciągłe zmiany orientacji poszczególnych dendrytów wewnątrz bloków mozaiki lub mówiąc precyzyjnie wewnątrz obszarów, które według analogii do stricte monokryształów nazywamy blokami. Mechanizm tworzenia się takiej złożonej dezorientacji może mieć związek z lokalnym wygięciem frontu krystalizacji.

Porównanie obrazów mikrostruktury z topogramami rentgenowskimi ujawniła, że w przypadku zglądów poprzecznych w miejscach występowania granic niskiego kąta rozkład ramion dendrytów ulega zmianie (fragmentacji) (Rys. 43a). W przypadku próby analizy obrazu mikrostruktury całego zglądu, bez wstępnie otrzymanych topogramów rentgenowskich ujawniających przebieg granicy, efekt ten jest praktycznie nie do ujawnienia. Jednak w przypadku obróbki graficznej całego obrazu, przedstawionej w rozdziale 4.1.4, można wyodrębnić miejsca w których ramiona nie tworzą już ciągłej prostej linii, ale szereg krótkich wzajemnie przesuniętych linii, co świadczy o ich niewielkiej dezorientacji względem ramion wewnątrz bloków mozaiki. Obszary takie pokazano na rysunku 43a. Generalnie można powiedzieć, że topografia rentgenowska wskazuje obszary występowania defektów, które następnie można analizować na obrazie mikrostruktury całego zglądu.



Rys. 79 Mechanizm powstawania granicy niskiego kąta przy przejściu frontu krystalizacji z selektora do zamka łopatki.

Mapy dezorientacji otrzymane metodą Ω -scan, potwierdziły występowanie bloków mozaiki ujawnionych metodami topografii rentgenowskiej, jednak w przypadku niewielkich bloków przy granicy próbki blok może nie zostać wykryty z powodu zbyt dużej średnicy wiązki rentgenowskiej (ok. 1 mm). Zmiany parametru sieci zaobserwowano zarówno w środkowej części zamka łopatki, jak i w pobliżu granic bloków. Jednak należy zwrócić uwagę na wysokie prawdopodobieństwo błędu pomiaru na styku dwóch bloków mozaiki. Zaburzenia parametru sieci na środku zamka mogą świadczyć o występowaniu naprężeń w miejscu krystalizacji bezpośrednio nad selektorem, co ma swoje potwierdzenie w niewielkim rozmyciu topogramu w tym miejscu.

Pióro łopatki analizowano we fragmentach zlokalizowanych w pobliżu cienkościennej krawędzi spływu oraz we fragmentach w pobliżu krawędzi natarcia. Wyniki topografii rentgenowskiej wykazały występowanie większego zdefektowania w cieńszym fragmencie pióra, przy krawędzi spływu łopatki. Zdefektowanie to objawiało się większą ilością granic niskiego kąta, większą dezorientacją bloków mozaiki oraz występowaniem odkształceń sieci w znacznej części próbki, powodujących znaczne rozmycie topogramu (Rys. 55). Analiza mikrostruktury

wykazała, iż morfologia dendrytów różni się dla opisanych obszarów. Wiąże się to prawdopodobnie z geometrią odlewu. W zglądzie wykonanym bliżej krawędzi natarcia dendryty ułożone były wzdłuż powierzchni zglądu. Spowodowało to, iż na topogramie uzyskano pasma kontrastu odpowiadające rdzeniom poszczególnych dendrytów widocznych na zglądzie metalograficznym. Widoczne były też granice niskiego kąta, które tworzyły się pomiędzy rdzeniami dendrytów. Topogram uzyskany przy takim ułożeniu dendrytów był wysokiej jakości, ułatwiał interpretację oraz powiązanie defektów z konkretnymi dendrytami na powierzchni.

Mikrostruktura zglądu z obszaru w pobliżu krawędzi spływu składała się w znacznej części z ramion drugiego rzędu z uwagi na nachylenie dendrytów względem powierzchni zglądu. Zgląd ten był przygotowany pod innym kątem względem osi łopatk. Rdzenie dendrytów w tym przypadku były obecne na powierzchni zglądu jedynie w krótkich fragmentach. Spowodowało to znaczne obniżenie jakości topogramu. Topogram składał się z nieregularnych krótkich fragmentów kontrastu, bloki mozaiki posiadały większą dezorientację, niż w przypadku zglądu z krawędzi natarcia. Bezpośrednie odniesienie defektów widocznych na topogramie do obrazu mikrostruktury było w tym przypadku utrudnione. Wynika z tego, iż topogram zglądów podłużnych tworzony jest głównie z udziałem drugorzędowych ramion dendrytów, które wykazują znaczne zdefektowanie (składają się z wielu małych bloków mozaiki o niewielkiej dezorientacji). Dodatkowo w badanych próbkach pióra łopatk. wykazano, że topogram obszaru zewnętrznego kołnierza, tzw. bandaż łopatk. (Rys. 53a), był odkształcony. Prawdopodobnie ma to związek, podobnie jak w przypadku przejścia selektora w zamek łopatk., ze znacznym rozszerzeniem frontu krystalizacji. Wpływ na większą dezorientację obszaru w pobliżu zewnętrznego kołnierza może mieć również fakt, iż w piórze łopatk. w przypadku nawet niewielkiego nachylenia frontu względem jej osi następuje ciągle hamowanie wzrostu dendrytów na ściankach formy oraz wzrostu kolejnych rzędów dendrytów. Powoduje to ciągle niewielkie zmiany orientacji wzdłuż pióra oraz możliwość tworzenia się licznych mniejszych bloków mozaiki. Rozszerzenie frontu po tym procesie według podobnego schematu jak w przypadku zamka łopatk., może powodować dziedziczenie w tym fragmencie defektów powstałych w piórze łopatk.

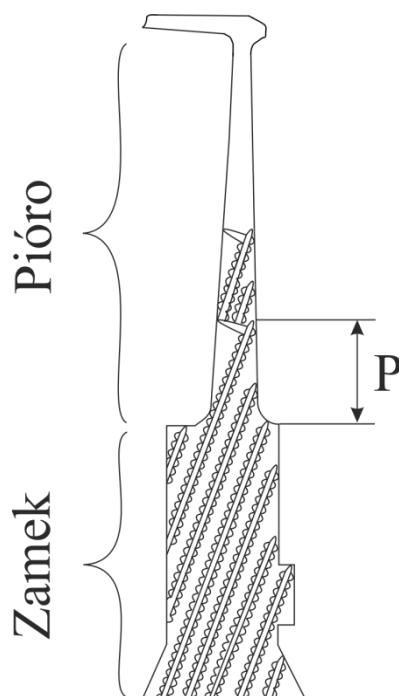
Mapy orientacji krystalograficznej wykonane metodą Ω -scan potwierdziły występowanie znacznie większych dezorientacji w próbce z krawędzi spływu. Dezorientacje dochodziły do kilku stopni, względem 0,5 stopnia w próbce z krawędzi natarcia.

W przypadku przekrojów wzdłużnych całych łopatek przedstawiono porównanie odlewów otrzymanych z szybkościami wyciągania formy 3 oraz 5 mm/min. Analizowane łopatki różniły się kątem odchylenia kierunku krystalizacji od osi łopatki, które wynosiły w przybliżeniu odpowiednio 10° oraz 5° . Spowodowało to różnice w morfologii powierzchni zglądów oraz w ułożeniu dendrytów względem powierzchni wykonanych zglądów. Z obrazów mikrostruktury wynika, że dla przekroju łopatki otrzymanej z prędkością 3 mm/min. dendryty są nachylone względem osi Z łopatki jednak rdzenie dendrytów są prawie równoległe do wykonanego zglądu podobnie, jak w przypadku obszaru krawędzi natarcia pióra. Przekrój łopatki otrzymanej z prędkością 5 mm/min. charakteryzował się występowaniem „klepsydr” tworzonych przez krótkie fragmenty rdzeni dendrytów oraz ramiona drugiego rzędu, co świadczy o nachyleniu dendrytów względem powierzchni zglądu. Podobna sytuacja była obserwowana w przypadku zglądu z obszaru krawędzi spływu pióra łopatki. Topogram rentgenowski zglądu łopatki otrzymanej z mniejszą prędkością wyciągania formy wykazał występowanie pasm kontrastu odpowiadających kierunkowi oraz rozkładowi dendrytów widocznych na powierzchni zglądu. Zauważono występowanie obniżonego kontrastu przy końcu zamka łopatki gdzie dendryty zostały zatrzymane poprzez ścianki formy (obszar A, Rys 62a). W wyniku zatrzymania wzrostu dendrytów w tym fragmencie mogło nastąpić wygięcie dendrytów powodujące ich lokalną dezorientację. Dodatkowo w tych obszarach mogą występować makroskopowe naprężenia własne.

Na topogramie zglądu łopatki otrzymanej z większą prędkością wyciągania formy występowały krótkie, pofragmentowane pasma kontrastu ułożone wzdłuż osi wyciągania łopatki. Zaobserwowano nałożenie się kontrastu przy krawędzi próbki na topogramie refleksu 002 (Rys. 62b), który wskazywał występowanie w tym miejscu granicy niskiego kąta. Jednak w celu potwierdzenia jej występowania wykonano dodatkowo topogram dla refleksu 113. Na zarejestrowanym topogramie granica ujawniła się poprzez rozsuniecie się kontrastu od bloków mozaiki ujawniając ich

kształt. Granica tworzyła się u podstawy zamka łopatki (G'_1 , Rys. 62c) podobnie jak miało to miejsce w przedstawionym analizowanym zamku łopatki w rozdziale 6.1. Potwierdza to przedstawiony mechanizm tworzenia się granic przy podstawie zamka, które mogą rozprzestrzeniać się wzdłuż odlewu i mogą zostać zatrzymane na ściankach formy. Na topogramach widoczne są również fragmenty selektorów (S, Rys. 62), które wykazują jednorodną orientację zgodną z orientacją łopatek. Świadczy to, że orientacja sieci krystalicznej selektora pod koniec jego krystalizacji jest już jednorodna, jednak nie zapobiega to tworzeniu się granic przy rozszerzeniu frontu krystalizacji w zamku.

Mapy składowych orientacji krystalograficznej dla przekrojów łopatki otrzymanej z prędkością 3 mm/min (Rys. 63) wykazują pasmowy charakter zmian zgodny z kierunkiem wzrostu dendrytów, jednak pasma są znacznie szersze z uwagi na rozmiar wiązki rentgenowskiej, o średnicy rzędu 1 mm. Można zauważyć, że cała lewa krawędź zamka zglądu łopatki posiada niewielką dezorientację na wszystkich składowych kątowych (Rys. 63), co może świadczyć, że hamowanie wzrostu dendrytów na ściankach formy wpływa na lokalną dezorientację. Warto zauważyć, że górny róg zamka, gdzie z uwagi na kształt formy najwięcej dendrytów zostało zatrzymanych, wykazuje zmianę parametru sieci, co może świadczyć o występujących w tym miejscu większych naprężeniach własnych. Zależność orientacji wzdłuż osi Z łopatki wykazała występowanie znacznej dezorientacji w piórze łopatki po przejściu pewnego obszaru, oznaczonego jako P (Rys. 65). Prawdopodobnie ma to związek z zatrzymaniem dendrytów pochodzących od zamka łopatki na ściankach formy w obszarze pióra oraz kontynuowanie krystalizacji z udziałem kolejnych rzędów dendrytów (Rys. 80). Ciągła krystalizacja kolejnych ramion dendrytów w cienkościennym odlewie powoduje ciągłą stopniową zmianę orientacji krystalograficznej z uwagi na występujące zdefektowanie bocznych gałęzi dendrytów.



Rys. 80 Schemat obrazujący występowanie w piórze obszaru P, w którym wzrost dendrytów pochodzące od zamka zostaje zatrzymany i krystalizacja następuje z udziałem kolejnych rzędów dendrytów.

Stwierdzono, że najwyższe wartości dezorientacji składowych (α , β' , γ) posiada zewnętrzny kołnierz pióra. Również rozkład parametru sieci wykazuje odchylenie jedynie w tej części łopatyki. Mapy dezorientacji zglądu łopatyki otrzymanej z prędkością 5 mm/min. ujawniły granicę niskiego kąta w zamku łopatyki o wartości ok. 1° . Na rozkładzie wartości orientacji wzdłuż osi Z, również zauważono znaczne zmiany w orientacji w piórze łopatyki po przejściu pewnego obszaru (obszar P, Rys. 66). W tym przypadku obszar ten był dłuższy o 2 mm z uwagi na inny kąt nachylenia dendrytów, a co za tym idzie późniejsze zatrzymanie dendrytów pochodzących od zamka łopatyki na ściankach pióra. W tym przypadku jednak zauważono również zmiany w parametrze sieci w piórze. Zmiany te były znacznie większe pomimo mniejszych zmian w orientacji. Nie można zatem mówić w tym wypadku o możliwości zaburzenia pomiaru z uwagi na wysokie zdefektowanie związane ze zmianą orientacji krystalograficznej. Prawdopodobnie zwiększona prędkość krystalizacji wpływa na większe odkształcenie dendrytów na ściankach formy podczas ich wzrostu oraz

blokowania ich na ściankach formy. Potwierdzałby to także fakt nieciągłej zmiany parametru sieci wzdłuż osi Z, ale występujące jego fluktuacje w obszarze pióra.

Opisana w pracy specyfika struktury blokowej monokrystalicznych nadstopów niklu odróżnia je istotnie od stricte monokryształów. Deorientacje występujące w badanych odlewach są obecne w skali makro, mikro oraz nanometrycznej. Wykazano występowanie dezorientacji zarówno pomiędzy blokami składających się z wielu dendrytów, jak również występowanie dezorientacji pomiędzy poszczególnymi dendrytami. Dodatkowo występują dezorientacje w skali wydzieleni fazy γ' . Dlatego wydaje się celowe wprowadzenie nowego terminu „*struktura orientacyjna*” monokrystalicznych nadstopów niklu, który definiuje ich rozkład orientacji krystalograficznej.

Analiza występujących granic niskiego kąta oraz mechanizmów ich tworzenia w odlewach łopatek turbiny z nadstopu niklu CMSX-4 sugerują, iż zasadnym byłoby precyzyjne kontrolowanie procesu otrzymywania odlewów o złożonych kształtach. Prawdopodobnie dobranie optymalnych warunków procesu, takich jak prędkość wyciągania formy, w zależności od kształtu odlewu pozwoliłaby uniknąć tworzenia się granic niskiego kąta przy znacznym rozszerzeniu frontu krystalizacji. Szczególne znaczenie będzie to miało przy wyższych prędkościach wyciągania.

9 Wnioski

Wnioski podzielono na dwie grupy. Pierwsza – A dotyczy materiału badań, zaś druga – B, metodologii badań.

- A1. Makroskopowe granice nisko-kątowe przebiegające w obszarze międzydendrytycznym przez cały odlew nadstopu niklu CMSX-4, wzdłuż osi wzrostu dendrytów, mają tendencje do tworzenia się przy znacznym rozszerzeniu frontu krystalizacji na skutek szybkiego wzrostu długich ramion drugiego rzędu, których zdefektowanie i dezorientacja są znacznie wyższe w porównaniu do rdzeni dendrytów.
- A2. Granice te przebiegają w fazie γ i składają się z siatki dyslokacji o szerokości rzędu kilkudziesięciu nanometrów ulokowanej w pobliżu granic wydzielen fazy γ' . W obrębie tych granic następuje zmiana orientacji krystalograficznej.
- A3. Granice te w skali makroskopowej, dzieląc próbkę na bloki, są równoległe do kierunku rdzeni dendrytów, natomiast w skali sześcianów fazy γ' biegną one w fazie γ wzdłuż granic międzyfazowych. Implikuje to obecność różnego typu dyslokacji oraz występowania naprężeń własnych w obrębie granicy w fazie γ .
- A4. Makroskopowe bloki w monokrystalicznych łopatkach składają się z zespołu równoległych dendrytów. Pomiędzy sąsiednimi dendrytami wewnątrz bloków mogą występować dwa rodzaje interakcji wpływających na ich orientację krystalograficzną:
- silne interakcje orientacyjne powodujące tworzenie się bloku w którym wszystkie dendryty posiadają jednakową, bądź bardzo zbliżoną orientację krystalograficzną,
 - słabe interakcje orientacyjne powodujące, iż wewnątrz bloku mozaiki sąsiednie dendryty monotonicznie zmieniają swoją orientację krystalograficzną.

Opisana specyfika struktury blokowej monokrystalicznych nadstopów niklu odróżnia je istotnie od stricte monokryształów. Dlatego wydaje się celowe

wprowadzenie nowego terminu „*struktura orientacyjna*” monokrystalicznych nadstopów niklu.

- A5. Zmiana orientacji krystalograficznej na granicach niskiego kąta jest związana z zaburzeniami rozkładu przestrzennego dendrytów.
- A6. Gwałtowne zmiany przekroju poprzecznego odlewu wzdłuż osi łopatek powodują występowanie lokalnych odkształceń dendrytów oraz zmiany ich orientacji krystalograficznej.
- A7. Zatrzymanie wzrostu dendrytów na ściankach formy w obszarze pióra oraz kontynuowanie krystalizacji z udziałem ramion kolejnych rzędów powoduje stopniowy wzrost zdefektowania i stopniową zmianę orientacji krystalograficznej wzdłuż kierunku krystalizacji pióra łopatki. Jest to związane z ciągłą krystalizacją kolejno-rzędowych ramion dendrytów wzdłuż tego kierunku. Każdy kolejny rząd bocznych ramion (prostopadłych do kierunku krystalizacji) wnosi dodatkowe zdefektowanie do obszarów późniejszej krystalizacji.
- B1. Jakość topogramów w metodzie Auleytnera z zastosowaniem rozbieżnej wiązki rentgenowskiej silnie zależy od orientacji dendrytów względem badanej powierzchni zglądu. Wzajemna dezorientacja sąsiednich dendrytów jest najpoprawniej odwzorowana, gdy rdzenie dendrytów ułożone są równoległe do powierzchni badanego zglądu.
- B2. Obróbka komputerowa złożonych obrazów mikrostruktury dendrytycznej całych powierzchni przekroju poprzecznego zamka łopatek, polegająca na uwidocznieniu tylko jednego z dwóch prostopadłych układów ramion dendrytów, umożliwia wizualizację granic niskiego kąta na tle mikrostruktury.
- B3. W celu poprawnej i jednoznacznej charakteryzacji granic niskiego kąta w odlwach łopatek nadstopów niklu niezbędne jest wykonanie topogramów z wykorzystaniem przynajmniej dwóch refleksów, z których jeden pozwala na precyzyjne umiejscowienie granic na zglądzie, zaś drugi pozwala na precyzyjne ustalenie ich kąta dezorientacji.

10 Literatura

- [1] Raymond R.: ‘Out of the Fiery Furnace’, Penn State Press., 1986
- [2] C.T. Sims, and W. Hagel: “The Superalloys”, Wiley Interscience, New York, 1972
- [3] Chester T. Sims: “A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists”, Fifth International Symposium of Superalloys, 1984, s. 399-419
- [4] John K. Tien, Thomas Caulfield: “Superalloys, Supercomposites and Superceramics” Academic Press INC. (London) LTD., UK, 1989
- [5] H. J. Murphy, C. T. Sims and A. M. Reltran: “Phacomp Revisited”, International Symposium on Structural Stability in Superalloys, 1968, s. 47-66
- [6] Boesch, W. J., Tien, J. K., and Howson, T. E.: ”Progress in Vacuum Melting from VIM to VADER”, Metal Progress, 1982, s. 49-56
- [7] M. Gell, D. N. Duhl and A. F. Giamei: “The Development of Single Crystal Superalloy Turbine Blades”, Fourth International Symposium of Superalloys, 1980, s. 205-214
- [8] Roger C. Reed: “The Superalloys Fundamentals and Applications”, Cambridge University Press, New York, 2006
- [9] P.N. Quested, M. McLean, A. Donner: ”A Study of Directionally Solidified In-738-Lc. Microstructure, Segregation and Mechanical Properties.” Proceedings of a Conference held at Liege, Belgium, 1986, s. 697-708
- [10] Matthew J. Donachie, Stephen J. Donachie: “Superalloys a Technical Guide”, ASM International, USA, 2002
- [11] Tresa M. Pollock, Sammy Tin: “Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties”, Journal of Propulsion and Power, Vol. 22, 2006, s. 361-374
- [12] Xu Qingyan, Liu Baicheng, Pan Dong, Yu Jing: “Progress on Modeling and Simulation of Directional Solidification of Superalloy Turbine Blade Casting” Research & Development, Vol. 9, 2012, s. 69-77

- [13] Kurz W., Fischer D.: "Fundamentals of Solidification", Trans. Tech., Switzerland, 1986,
- [14] Braszczyński J. : „Krystalizacja Odlewów”, WNT, Warszawa, 1991
- [15] Fraś E.: „Krystalizacja Metali i Stopów”, PWN, Warszawa, 1992
- [16] E. A. Brener, D. E. Temkin: "Cellular, Dendritic, And Doublon Patterns In Directional Crystallization", Journal of Experimental and Theoretical Physics, Vol. 109, 1996, s. 559-566
- [17] Hengzhi Fu, Xingguo Geng: „High Rate Directional Solidification and its Application in Single Crystal Superalloys”, Science and Technology of Advanced Materials 2, 2001, s. 197-204
- [18] M. Rappaz, Ch.-A. Gandin: "Probabilistic Modelling of Microstructure Formation in Solidification Processes", Acta Metallurgica, Vol. 41, 1993, s.345-360
- [19] Blaine Geddes, Hugo Leon, Xiao Huang: "Superalloys Alloying and Performance", ASM International, USA, 2010
- [20] E.N. Kablov, I.M. Demonis, N.V. Petrushin: "Materials and Technologies for New Generation Aeroengines", Proceedings of The European Conference of Aerospace Sciences, Saint Petersburg, 2011
- [21] C. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel: "Superalloys II: High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power", John Wiley and Sons, USA, 1987
- [22] M. Durand-Charre: "The Microstructure of Superalloys", Gordon & Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997
- [23] Frank H. Chung, Deane K. Smith: "Industrial Applications of X-ray Diffraction", CRC Press, USA, 2000
- [24] Borys Mikułowski: „Stopy Żaroodporne i Żarowytrzymałe – Nadstopy”, Wydaw. Akademii Górniczo-Hutniczej im. S. Staszica, Kraków, 1997
- [25] Beata Dubiel: „Zmiany Mikrostruktury Podczas Pełzania Monokrystalicznych Nadstopów Niklu”, Wydaw. Akademii Górniczo-Hutniczej im. S. Staszica, Kraków, 2011

- [26] F. R. N. Nabarro, M. S. Duesbery: "Dislocations in Solids: L12 Ordered Alloys", Elsevier Science B.V., Amsterdam, 1996
- [27] R. Bachelet, R. Brunetaud, D. Coutsouradis, et al.: "High Temperature Materials for Power Engineering 1990", Proceedings of a Conference, Belgium, 1990
- [28] P. Caron, O. Lavigne: "Recent Studies at Onera on Superalloys for Single Crystal Turbine Blades", High Temperature Materials, Aerospace Lab Journal. Vol. 11, 2011, s.1-14
- [29] S.A. David, S.S. Babu, and J.M. Vitek: "Welding: Solidification and Microstructure", JOM, Vol. 6, 2003, s. 14-20
- [30] B.C. Wilson, J.A. Hickman, and G.E. Fuchs: "The Effect of Solution Heat Treatment on a Single-Crystal Ni-Based Superalloy", JOM High temperature Alloy, Vol. 3, 2003, s. 35-40
- [31] N.V. Petrushin, I.L. Svetlov, K.K. Khvatskiy: "Anisotropy of Mechanical Properties of Single Crystal in Fourth Generation Ni-Based Superalloy" Proceedings of The European Conference of Aero-space Sciences, Saint Petersburg, 2011
- [32] R. A. MacKay and R. D. Maier: "The Influence of Orientation on the Stress Rupture properties of Nickel-Base Superalloy Single Crystals", Metallurgical Transactions, Vol. 13A, 1982, s.1747-1754
- [33] Scott A. Yandt: "The Growth of Naturally-Generated Small Fatigue Cracks in a Nickel-Base Single-Crystal Superalloy", Phd Thesis, Carleton University Ottawa, Ontario, 2010
- [34] P. K. Wright and A. F. Anderson: "The Influence of Orientation on the Fatigue of Directionally Solidified Superalloys", in Proceedings of the International Symposium on Superalloys, USA, 1980, s. 689-698
- [35] R. V. Miner, R. C. Voigt, J. Gayda, and T. P. Gabb: "Orientation and Temperature Dependence of Some Mechanical Properties of the Single-Crystal Nickel-Base Superalloy Rene N4: Part I. Tensile Behavior", Metall. Trans. A, vol. 17A, 1986, s. 491-496
- [36] N.C. Barnard, D.W. MacLachlan, N. Jones, J. Mason-Flucke, S.M. Bagnall and M.R. Bache: "Low Cycle Fatigue of CMSX-4 in Off-Axis Orientations and the

- Effect of a Multi-Axial Stress State”, Proceedings Superalloys 2012, USA, 2012, s. 293-300
- [37] Nagaraj K. Arakere, Gregory R. Swanson: “Effect of Crystal Orientation on Fatigue Failure of Single Crystal Nickel Base Turbine Blade Superalloys”, ASME Journal of Gas Turbines and Power, 2000, s. 161-176
 - [38] Koji Kakehi: “Influence of Primary and Secondary Crystallographic Orientations on Strengths of Nickel-based Superalloy Single Crystals”, Materials Transactions, Vol. 45, 2004, s. 1824-1828
 - [39] Li Xu, Sun Bo, You Hongde, Wang Lei: “Evolution of Rolls-Royce air-cooled turbine blades and feature analysis”, Procedia Engineering, 2014, s. 1-10
 - [40] J. C. Han, S. Dutta, and S. Ekkad: “Gas Turbine Heat Transfer and Cooling Technology”, Taylor and Francis, USA, 2000
 - [41] J. C. Han, J. S. Park, and C. K. Lie: “Heat Transfer And Pressure Drop In Blade Cooling Channels With Turbulence Promoters”, NASA Report CR-3837, 1984
 - [42] B. K. Tanner: “X-Ray Diffraction Topography”, Pergamont Press, 1979
 - [43] M Kuriyama, B W Steiner, and R C Dobbryn: “Dynamical Diffraction Imaging (Topography) with X-Ray Synchrotron Radiation”, Annual Review of Materials Science, Vol. 19, 1989, s. 183-207
 - [44] D.K. Bowen, Brian K. Tanner: “High Resolution X-Ray Diffractometry And Topography”, Taylor & Francis, 2005
 - [45] Balaji Raghothamachar, Govindhan Dhanaraj, Jie Bai, Michael Dudley: “Defect Analysis In Crystals Using X-Ray Topography”, Microscopy Research and Technique, Vol. 69, 2006, s. 343-358
 - [46] Prof. Dr. Jung Ho Je: “X-ray Imaging in Materials Science”, Special Issue: X-ray Imaging in Materials Science, Materials Vol. 5, 2012, s. 937-965
 - [47] Wojciech Wierzchowski: „Badania Realnej Struktury Monokryształów i Warstw Epitaksjalnych z Zastosowaniem Promieniowania Synchrotronowego i Symulacji Obrazów Dyfrakcyjnych”, Prace Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych, 1994
 - [48] Toru Mitsunaga: “X-Ray Thin-Film Measurement Techniques”, Rigaku Journal, Vol. 25, 2009, s. 10-15

- [49] T. Tanakaa, Z.U. Rekb, Joe Wongc, M. Rowenb: "FZ Crystal Growth of Monochromator-Grade YB66 Single Crystals as Guided by Topographic and Double-Crystal Diffraction Characterization", *Journal of Crystal Growth*, Vol. 192, 1998, s. 141-51
- [50] Neil Loxley, Brian K. Tanner: "X-Ray Double Crystal Topography of Processed Silicon Wafers", *MRS Fall Meeting*, 1986, s. 215-220
- [51] V. M. Kaganer, W. Möhling: "Characterization of Dislocations by Double Crystal X-ray Topography in Back Reflection", *Physica status solidi (A)*, Vol. 123, 1991, s. 379-392
- [52] Julian Auleytner: „Rentgenowskie Metody Badania Mozaiki I Dyslokacji W Kryształach”, Państwowe Wydaw. Naukowe, 1964
- [53] H. U. Walter: "Evaluation of Semiconductor Specimens by X-ray Analysis", *Final Report for NASA Contract NAS8-29650*, 1975
- [54] Lang A.R, Mai Zhen-Hong: "Pendellosung Interference In The Bragg Reflexion Of X-Rays From A Crystal Surface", *Proc. Roy. Soc.*, 1979, s. 313-329
- [55] Afanasev A.M., Kohn V.G.: "Dynamical Theory Of X-Ray Diffraction In Crystals With Defects", *Acta Cryst.*, 1971, s. 421-430
- [56] R. E. Napolitano, D. R. Black "Array ordering in dendritic crystals and the influence on crystal perfection", *Journal of Materials Science*, Vol. 39, 2004, s.7009-7017
- [57] Naji S. Hussein, Divine P. Kumah, Jian Z. Yi, et. al.: "Mapping Single-Crystal Dendritic Microstructure and Defects in Nickel-Base Superalloys with Synchrotron Radiation", *Acta Materialia*, Vol. 56, 2008, s. 4715-4723
- [58] K. Clay, P.N. Quested, Roger Morrell, Ken P. Mingard: "A Review of the Measurement of Single Crystal Orientation Parameters of Nickel Castings" *Advanced Materials Research*, Vol. 278, 2011, s. 84-89
- [59] TEM Diffraction Exercises for Spring Course at Interdisciplinary Centre for Electron Microscopy (CIME), 2014
- [60] David R. Black, Gabrielle G. Long: "X-Ray Topography", *Materials Science and Engineering Laboratory, USA*, 2004

- [61] B. D. Cullity, S. R. Stock : “Elements of X-Ray Diffraction”, Prentice Hall, 2001
- [62] U. Bruckner, A. Epishin and T. Link: “Local X-Ray Diffraction Analysis of the Structure of Dendrites in Single-Crystal Nickel-Base Superalloys”, *Acta Mater.*, Vol. 45, 1997, s. 5223-5231
- [63] M. Rappaz, E. Blank: “Combined X-Ray Microdiffraction And Topography Experiment For Microstructural Analysis Of Heterogeneous Materials”, *Journal of Materials Science*, Vol. 22, 1987, s. 896-906
- [64] R. E. Napolitano, R. J. Schaefer: “The Convergence-Fault Mechanism For Low-Angle Boundary Formation In Single-Crystal Castings”, *Journal of Materials Science*, Vol. 35, 2000, s. 1641-1659
- [65] P. Strunz, P. Luk, P. Mikula, J. Ar, Oun: “Characterization of the Creep Exposed CMSX2 Single Crystal by Neutron Diffraction Topography and Neutron Diffractometry”, *Czechoslovak Journal of Physics*, Vol. 44, 1994, s. 687-693
- [66] N. Siredey, G. Lesoult, J. Lacaze: “Evolution During Solidification of the Array of Dendritic Primary Axes of Am1 Superalloy Single Grains in relation with Their Crystalline Quality”, *Proceedings of a Conference Held in Liège, Belgium*, 1990, s. 1309-1318
- [67] D.W. Fitting, W.P. Dubé, T.A. Siewert: “Monitoring the Solidification of Single-Crystal Castings Using High-Energy X-Ray Diffraction”, *JOM*, Vol. 51, 1999
- [68] A. Flack, J. Lacaze, J.P. Michel, N. Siredey, A. George: “X-Ray Topography Of A Dendritic Nickel-Base Single Grain”, *Memoires et Etudes Sci. Rev. Met.*, 1990, s. 289-300
- [69] Kirsten G. Lipetzky, Robert E. Green: “Practical Application of X-Ray Diffraction Imaging”, *PROCEEDINGS of 15th World Conference on Nondestructive Testing*, Roma, Italy, 2000
- [70] Kirsten G. Lipetzky, Robert E. Green Jr., Paul J. Zombo: “Development of X-Ray Diffraction Methods to Examine Single Crystal Turbine Blades”, *Nondestructive Characterization of Materials VIII*, 1998, s. 423-430

- [71] Lipetzky, Kirsten G.; Green, Robert E.: "Characterization of Single Crystal Mechanical Test Specimens for Advanced Turbine Applications", AIP Conference Proceedings, Vol. 497, 1999, s. 661-668
- [72] D. Bellet, P. Bastie and J. Baruchel: "White Beam Synchrotron Topography and Gamma-ray Diffractometry Characterization of the Crystalline Quality of Single-grain Superalloys: Influence of the Solidification Conditions", J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 26, 1993, s. A50-A52
- [73] A. Onyszko[†], W. Bogdanowicz, K. Kubiak, J. Sieniawski: "X-ray Topography and Crystal Orientation Study of a Nickel-based CMSX-4 Superalloy Single Crystal", Crystal Research and Technology, Vol. 45, 2010, s. 1326-1332
- [74] A. Onyszko[†]: "X-Ray Topography Study of the Nickel Superalloy CMSX-4 Single Crystals", Solid State Phenomena, Vol. 163, 2010, s. 260-263
- [75] Kubiak K., Onyszko A.[†], Bogdanowicz W., Sieniawski J., Nowotnik A.: "Influence of Manufacture Conditions on the Properties of CMSX-4 Single Crystal Castings", Inżynieria Materiałowa XXXI, 2010, s. 622-624
- [76] J. Auleytner, Acta Physica Polonica, Vol. 17, 1958, s. 111
- [77] J. Auleytner, Acta Physica Polonica, Vol. 18, 1959, s. 81
- [78] J. Auleytner, Festkörperphysik, Akademie-Verlag, Berlin, 1961, s. 134
- [79] T. Bedyńska, Acta Physica Polonica, Vol. 19, 1960, s. 443
- [80] W. Bogdanowicz: "Martensitic Transformation in β_1 -CuZnAl Single Crystals Studied by X-ray Topography Method", Scripta Materialia, Vol. 37, 1997, s. 829-835
- [81] W. Bogdanowicz: "Zastosowanie Metody Auleytnera do Badań Struktury Blokowej Dużych Monokryształów Metali", Archiwum Nauki o Materiałach, Vol. 10, 1989
- [82] B. Nestler, H.-J. Kuhr, G. Hildebrandt, H. Bradaczek: "Novel Use of a Commercial Goniometer for Sorting Round Quartz Blanks", Meas. Sci. Technol. 2, 1991, s. 528-531
- [83] B. Morys, H. Bradaczek, G. Hildebrandt: "Improved Ω -Scan for Separate Measurement of True AT-Cutting Angles and X-Miscutting Angles for Round

- Quartz Blanks“, Proc. 1994 IEEE Internat. Freq. Contr. Sympos., 1994, s. 237-240
- [84] G. Hildebrandt, H. Bradaczek: “Experience with Quartz Oscillator Angle-Sorting”, Cryst. Res. Technol. 37, 2002, s. 111-118
- [85] H. Berger: “X-ray Orientation Determination of Single Crystals by Means of the Ω -Scan Method”, J. Phys. IV France 118, 2004, s. 37-42
- [86] H. Berger, H.-A. Bradaczek, H. Bradaczek: “Omega-Scan – an X-ray Tool for the Characterization of Crystal Properties”, J. Mat. Sci.: Mat. Electr. 19, 2008, s. 351-355
- [87] Arkadiusz Onyszko: „Gamma Prime Crystal Lattice Orientation of Turbine Blades of the Single Crystal Nickel Based CMSX-4 Superalloy”, Solid State Phenomena, Vol. 203 – 204, 2013, s. 169-172
- [88] Marek Faryna: “Dyfrakcja Elektronów Wstecznie Rozproszonych w Skaningowym Mikroskopie Elektronowym”, Wydawnictwo AGH, Kraków, 2012
- [89] A. P. Day et al.: “Channel 5 User Manual”, HKL Technology A/S, Hobro, Denmark, 2001
- [90] Tim Maitland and Scott Sitzman: “Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples”, Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications, Springer, 2007, s. 41-75
- [91] Ryde, L.: “Application Of EBSD To Analysis Of Microstructure In Commercial Steels.”, Materials Science and Technology, Vol. 22, 2006, s. 1297-1306
- [92] R. Vincent, P. A. Midgley: “Double Conical Beam-Rocking System For Measurement Of Integrated Electron Diffraction Intensities”, Ultramicroscopy, Vol. 53, 1994, s. 271-282
- [93] E.F. Rauch, J. Portillo, S. Nicolopoulos, D. Bultreys, S. Rouvimov, P. Moeck: “Automated Nanocrystal Orientation And Phase Mapping In The Transmission Electron Microscope On The Basis Of Precession Electron Diffraction”, Zeitschrift für Kristallographie, Vol. 225, 2010, s. 103-109
- [94] K. Harris et al.: “Single Crystal Alloy Technology”, Patent USA nr. 4.643.782, wyd. 17.02.1987

- [95] K. Harris et al.: "Development of the Rhenium Containing Superalloys CMSX-4 & CM 186 LC for Single Crystal Blade and Directionally Solidified Vane Applications in Advances Turbine Engines", Seventh International Symposium of Superalloys, USA, 1992, s. 297-306
- [96] G. L. Erickson: "The Development and Application of CMSX-10", Eighth International Symposium of Superalloys, USA, 1996, s. 35-44
- [97] R.W. Cahn, P. Haasen: "Physical Metallurgy, Volume 1" Elsevier Science B.V., Amsterdam, 1996
- [98] Stephen D. Glancy, Orten J. Damgaard: "A Study in the Dynamics and Wear of Rigid Disc Systems", Structure, Vol. 25, USA, 1992, s. 3-7
- [99] Völkl R., Glatzel U., Feller-Kniepmeier M.: "Measurement Of The Lattice Misfit In The Single Crystal Nickel Based Superalloys CMSX-4, SRR99 And SC16 By Convergent Beam Electron Diffraction", Acta Materialia, Vol. 46, 1998, s. 4395-4404
- [100] W. Bogdanowicz, R. Albrecht, J. Sieniawski, K. Kubiak, A. Onyszko: "Correlation Between SEM And X-Ray Diffraction Imaging Of Structure In Single-Crystal Ni-Based Superalloy", Solid State Phenomena, Vol. 186, 2012, s. 135-138
- [101] Bogdanowicz, R. Albrecht, J. Sieniawski, K. Kubiak: „The Subgrain Structure In Turbine Blade Roots Of CMSX-4 Superalloy”, Journal of Crystal Growth, Vol. 401, 2014, s. 418-422
- [102] R. Albrecht, W. Bogdanowicz, J. Sieniawski, K. Kubiak: "Characterization Of Casting Defects In The Single Crystal Turbine Blade Airfoil", Acta Physica Polonica A, Vol. 130, 2016, s. 1091-1093
- [103] W. Bogdanowicz, R. Albrecht, A. Onyszko†, J. Sieniawski: „Characterization of Single-Crystal Turbine Blades by X-Ray Diffraction Methods”, Solid State Phenomena, Vol. 203-204, 2013, s. 63-66
- [104] W. Bogdanowicz, A. Onyszko, J. Rak, R. Albrecht, G. Dercz, A. Hanc, A. Nowotnik, D. Stróż, J. Lełątko: "Characterization of As-Cast Single-Crystal CMSX-4 Superalloy Turbine Blades", Solid State Phenomena Vol. 203-204, 2013, s. 173-176

- [105] W. Bogdanowicz, R. Albrecht, K. Kubiak, G. Dercz, A. Hanc, J. Rak, B. Bierska-Piech, D. Stróż, J. Sieniawski, J. Lełątko: “Struktura Monokrystalicznych Odlewów Nadstopów Niklu”, Polska metalurgia w latach 2011 - 2014, Wyd. Naukowe "AKAPIT", Kraków 2014, s.947-960
- [106] Jonathan D. Madison:” Investigation Of Solidification Defect Formation By Three-Dimensional Reconstruction Of Dendritic Structures”, PhD dissertation, University of Michigan, 2010